

EVALUACIÓN DE PROPIEDADES MECÁNICAS Y PERMEABILIDAD AL VAPOR DE AGUA DE PELÍCULAS DE QUITOSANO

Zavala Arredondo Mireya (1) Castañeda Ramírez José Cristóbal (2), Rivera Arredondo Marisa (2), De la Fuente Salcido Norma Margarita (3)

¹ [Ingeniería En Procesos Alimentarios. Universidad Tecnológica del Suroeste de Guanajuato]

² [Departamento de Procesos alimentarios. Universidad Tecnológica del Suroeste de Guanajuato. Carr. Valle-Huanímaro Km. 1.2. Valle de Santiago, Guanajuato, México] | [jccastañedar@utsoe.edu.mx]

³ [Universidad Autónoma de Coahuila. Dpto. de Posgrado. Escuela de Ciencias Biológicas, Ciudad Universitaria, Campus Torreón, Coahuila, México]

Resumen

Las películas comestibles utilizadas en los alimentos deben de proteger y extender su vida útil, es por ello que se busca que tengan características de barrera contra agentes externos; por lo que el objetivo del presente trabajo fue evaluar las propiedades mecánicas y la permeabilidad al vapor de agua de películas elaboradas a base de quitosano. Se prepararon películas de bajo (LMW) y medio (MMW) peso molecular al 2 y 1% (p/v) respectivamente; las propiedades mecánicas que se evaluaron fueron, grosor, fuerza de rompimiento y tensil, permeabilidad al vapor de agua con base en la norma ASTM E-96/E 96M-05; y la microestructura de la superficie para observar la uniformidad de la membrana. Se obtuvieron películas de quitosano LMW y MMW, mismas que presentan flexibilidad, resistencia a la tensión y a la ruptura, así como permeabilidad al vapor de agua con valor de 2.0912 ± 0.0424 gmm/hm²kpa para película LMW y de 2.3004 ± 0.0659 para MMW; finalmente se observó que las películas microscópicamente presentan impurezas, pero no hay presencia de burbujas de aire. En conclusión, se determinó que las películas de quitosano LMW y MMW presentan buenas propiedades mecánicas parecidas a la de los empaques sintéticos como el plástico adherible (polipropileno), presentan mayor permeabilidad al vapor de agua en comparación con este polímero.

Abstract

The edible films used in foods must protect and extend their shelf life, which is why they are intended to have barrier characteristics against external agents; so the objective of the present work was to evaluate the mechanical properties and the water vapor permeability of films made with chitosan. Low (LMW) and medium (MMW) molecular weight films were prepared at 2 and 1% (w / v) respectively; the mechanical properties that were evaluated were: thickness, tensile strength, water vapor permeability based on ASTM E-96 / E 96M-05; and the microstructure of the surface to observe the uniformity of the membrane. LMW and MMW chitosan films were obtained, showing flexibility, tensile strength and rupture, as well as water vapor permeability of 2.0912 ± 0.0424 gmm / hm²kpa for LMW film and 2.3004 ± 0.0659 for MMW; finally it was observed that the films microscopically present impurities, but there is no air bubbles present. In conclusion, it was determined that the films of chitosan LMW and MMW have good mechanical properties similar to that of synthetic packages such as polypropylene (adhesives), they have a higher permeability to water vapor compared to this polymer

Palabras clave

Quitosano, fuerza tensil, WVP, películas comestibles

INTRODUCCIÓN

El empaque de un alimento tiene como función principal preservar y proteger al producto que contiene para así poder extender su vida útil. El uso excesivo de empaques elaborados a partir de materiales sintéticos ha generado graves problemas ambientales, debido a su total falta de biodegradabilidad [1]. El creciente interés en los alimentos procesados de alta calidad y menor impacto ambiental ha llevado a la industria de alimentos a buscar diversas alternativas para satisfacer las demandas del consumidor.[1] Uno de los métodos con potencial para conservar la vida postcosecha de frutas y hortalizas destinadas al consumo en fresco lo constituye el uso de películas o recubrimientos comestibles, éstos se formulan con materiales naturales comestibles que funcionan como una barrera semipermeable a los gases y vapor de agua, que permitan el mantenimiento de la calidad del producto, también se han estudiado como posibles ayudantes para preservar, o incluso mejorar su calidad [2]. Una película comestible se define como aquella capa delgada de material comestible formada sobre un alimento como un recubrimiento, o colocada (lo que implica que debe ser pre-formada) sobre o entre los componentes de los alimentos [3]. Su propósito es el de inhibir o reducir la migración de humedad, oxígeno, dióxido de carbono, aromas, lípidos, pigmentos, etc.; servir como vehículo para aditivos alimentarios (antioxidantes, antimicrobianos, saborizantes, colorantes); y/o mejorar la integridad mecánica o características de manejo del alimento en cuestión [2]. Para la mayoría de las aplicaciones de películas en los alimentos, la característica funcional más importante es la resistencia que presenta contra la migración de la humedad, esto es porque deben conservarse los niveles críticos de actividad de agua para que el producto mantenga una calidad y sanidad óptima [2]. Algunos de los materiales que se emplean para la elaboración de las películas comestibles son polisacáridos (almidón, carragenatos, pectina, quitosano). El quitosano es uno de los polímeros más utilizados en la elaboración de películas biodegradables ya que presenta propiedades funcionales similares a las tradicionales derivadas de productos petroquímicos (polietileno, polivinilo). Actúan como barreras selectivas entre el medio y

el alimento generando ambientes modificados en cuanto a la concentración de gases y vapores (vapor de agua, oxígeno, etileno etc.)[3]. Sin embargo la permeabilidad al vapor de agua no es una de las propiedades inherentes de estas películas de tipo hidrofílico las cuales tienden a retener el agua en su estructura lo cual conduce al hinchamiento de la misma, generando un funcionamiento ineficiente. [4] Debido a lo anterior en el presente trabajo se adiciono sorbitol como agente plastificante y se evaluaron las propiedades mecánicas de las películas de quitosano-sorbitol y determinar si presenta mejores características de permeabilidad al vapor de agua.

MATERIALES Y MÉTODOS

Elaboración de películas a base de quitosano

Se prepararon 2 soluciones de quitosano de bajo peso molecular (LMW). En la primer solución se mezcló quitosano (Sigma Aldrich) al 2% (p/v) en solución de ácido acético al 1% (v/v) nombrada A/QLMW; la segunda solución con las mismas proporciones que A/QLMW, más 20 % (p/p) se sorbitol con respecto a la masa de quitosano nombrada B/QSLMW; por último se preparó una solución de quitosano de medio peso molecular (MMW), se agregó 1 % (p/v) de quitosano MMW (Sigma Aldrich) en solución de ácido acético 1 % (v/v) más sorbitol al 20 % (p/p), solución nombrada C/QSMMW.

Todas las soluciones se calentaron hasta punto de ebullición durante 20 minutos y se dejaron en agitación a temperatura ambiente por 1h, posteriormente se ajustó el pH a 5.6 con NaOH 10 N. Terminando el tiempo de agitación las soluciones se centrifugaron a 4500 rpm/30 min; y se vertieron 80 mL de cada solución en platos de cerámica, dejándolas hasta evaporación completa del solvente a 42 °C durante 48h obteniéndose de esta manera las películas.

Caracterización de las propiedades mecánicas de las películas

Determinación del grosor

El grosor medio de las películas se calculó a partir de los datos obtenidos de 3 mediciones aleatorias efectuadas en 4 muestras películas, usando un micrómetro marca Mitutoyo y obteniendo el promedio de dichas mediciones, estos valores se utilizaron para ensayos de permeabilidad al vapor de agua y fuerza tensil.

Determinación de la fuerza de rompimiento y fuerza tensil

Tanto la fuerza tensil, como la fuerza de corte se midieron en un texturómetro (Marca texture analyzer, modelo CT3 versión 2.1), con condiciones de fuerza 100g, velocidad 50mm/s y deformación 10mm. La fuerza tensil se obtuvo dividiendo la fuerza máxima antes de que se rompiera la película entre el grosor transversal de esta. Se reporta la fuerza de corte en N y la fuerza tensil en N/mm²

Determinación de la permeabilidad al vapor de agua

Para determinar la permeabilidad al vapor de agua en películas (WVP por sus siglas en inglés), se utilizó el método ASTM E 96/ E 96M-05 [6]. Por el método del desecante. Las muestras se colocan en cámaras de prueba, en este caso cajas petri de 1cm de altura con 25 g de Cloruro de Calcio (CaCl₂) previamente desecado (200°C por 2) y con orificio en la parte superior cubierto por la película de quitosano y con cierre hermético: se registró peso inicial; las cajas se colocaron entro de la cámara ambiental, previamente preparada a 50% HR y temperatura de 30°C. La ganancia o pérdida de peso de las cajas (cámaras de prueba) se monitoreo en función del tiempo.

Análisis de la microestructura de las películas

El estudio de microscopia óptica se realizó utilizando un microscopio óptico marca Zeiss

Imager A1 (Alemania). Las películas fueron colocadas en un porta objetos y observadas directamente en el microscopio. Las observaciones fueron realizadas con un aumento de 10, 40 y 100X.

Transparencia y opacidad

Las propiedades de barrera a la luz de las películas fueron medidas en longitudes de onda seleccionadas entre 250 y 1000 nm, utilizando un espectrofotómetro marca Cary 50, modelo UV-Vis, para lo cual se cortó un rectángulo de las películas y se colocaron en uno de los lados por los que pasa el haz de luz en una celda espectrofotométrica.

La transmitancia de las películas se obtuvo directamente en el espectrofotómetro expresado como porcentaje y una vez obtenida, se calculó la absorbancia con la siguiente ecuación [6].

$$A = 2 - \log (\%T)$$

Donde A es la absorbancia y %T es el porcentaje de transmitancia.

Para calcular la opacidad se utilizó la siguiente formula [7].

$$N = 100\% - T (\%)$$

Donde N es la opacidad y T (%) es la transmitancia

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Se obtuvieron películas de quitosano, las cuales presentaron resistencia a la fuerza de tensión y al rompimiento, buena flexibilidad, físicamente presentan apariencia transparente, son permeables al vapor de agua y presentaron actividad antibacteriana y anti fúngica (datos no mostrados) (Figura 1).

También se observa que todas las películas evaluadas en comparación con el control de

polietileno (PE) y polipropileno (PP) (Plástico auto adherible) presentan mayor grosor (Tabla 1).



Figura 1. Películas de quitosano de bajo y medio peso molecular. A) Película de quitosano de bajo peso molecular 2 % (p/v); B) Película de quitosano de bajo peso molecular 2% (p/v) / 20% sorbitol; C) Película elaborada a base de quitosano de medio peso molecular 1% (P/V)/20% sorbitol.

Tabla 1. Grosor de películas de quitosano de bajo y medio peso molecular.

Película	Grosor μm
A/QLMW	0.105 \pm 0.0170
B/QSLMW	0.152 \pm 0.0247
C/QSMMW	0.09 \pm 0.0113
CONTROL	0.032 \pm 0

Como se puede observar en la tabla 2, la película B presenta mayor resistencia al rompimiento y a la tensión, que las películas A y C, esto se debe a la diferencia de grosores de las películas ya que a mayor grosor, mayor fuerza se requiere para romper la película, además también se debió a que esta película fue suplementada con sorbitol al 20% p/p, lo que le permitió obtener mayores características de flexibilidad y por ende presento mayor esfuerzo de tracción en el corte (fuerza tensil o tensión) así como mayor fuerza para romperse. La adición de plastificante corrigió la rigidez molecular del polímero reduciendo las fuerzas intermoleculares a lo largo de la cadena polimérica [8].

Comparando cada tipo de película se puede observar que todas son permeables, sin embargo la C resulta ser la más permeable en comparación con la A y B, y al comparar estas tres con el

control resulta que todas son más permeables que este (Tabla 3).

El comportamiento de la permeabilidad de las películas ya que el quitosano es capaz de actuar como barrera selectiva entre el medio y el alimento generando ambientes modificados en cuanto a la concentración de gases y vapores (vapor de agua, oxígeno, etileno etc.), además la adición del sorbitol también mejoro esta propiedad ya que impartió flexibilidad a las películas y a la vez se incrementó la movilidad del polímero, implicando con ello la modificación en los valores de permeabilidad al vapor de agua [9].

Tabla 2. Fuerza de rompimiento y fuerza tensil de películas de quitosano LMW Y MMW.

Película	Fuerza de rompimiento (N)	Fuerza tensil (N/mm ²)
A/QLMW	51.1763 \pm 16.0399	3.3191 \pm 0.9480
B/QSLMW	104.0964 \pm 11.6338	4.2700 \pm 0.5025
C/QSMMW	18.8401 \pm 8.8551	1.8611 \pm 0.6009

Tabla 3. Valores promedio y desviación estándar de los cálculos de permeabilidad al vapor de agua (WVP)

Determinación de la permeabilidad al vapor de agua (WVP)				
Código de la película	Grosor (mm)	WVTR (g/hm ²)	Permeanza (g/hm ² kpa)	WVP (g g.mm/hm ² kpa)
A/QLMW	0.105	5.0347 \pm 0.7130	20.1469 \pm 2.8532	2.0912 \pm 0.0424
B/QSLMW	0.152	3.1694 \pm 0.6914	12.6828 \pm 2.7666	2.2182 \pm 0.3825
C/QSMMW	0.090	6.4500 \pm 0.9938	25.8103 \pm 3.9771	2.3004 \pm 0.0659
CONTROL	0.032	7.1944 \pm 1.5439	28.7893 \pm 6.1779	0.9212 \pm 0.1977

En la figura 2, se muestra la microestructura de cada una de las películas elaboradas, se puede observar que estas presentan impurezas, pero no burbujas de aire ni poros lo que favorece a la permeabilidad al vapor de agua e indica que la

cerámica es un buen material para moldear películas.

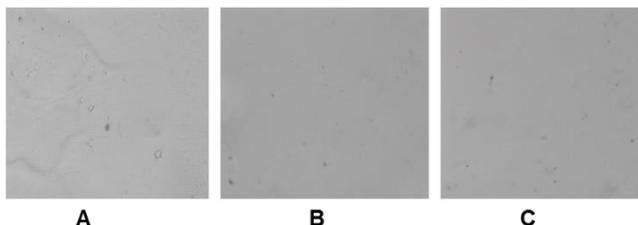


Figura 2. Micrografía 40X de películas. A) A/LMW, B) B/SLMW, C) C/SMMW

De acuerdo a la tabla 4. La película A presenta mayor transmitancia es decir es más transparente con respecto a las películas B, C y el control, por tanto presenta menor opacidad y absorbancia.

Tabla 4. Absorbancia, transmitancia y opacidad de películas de quitosano

Película	Absorbancia (250-1000 nm)	Transmitancia (%)	Opacidad (UA. nm)
A/QLMW	0.1434	71.875	28.125
B/QSLMW	0.1854	65.2395	34.7605
C/QSMMW	0.1622	68.8311	31.1689
CONTROL	0.1808	65.9375	34.0625

CONCLUSIONES

De acuerdo a los resultados obtenidos se concluye que la película que presenta mejores características de las propiedades mecánicas evaluadas, es la B (Q/SLMW) ya que presenta valores intermedios de permeabilidad al vapor de agua, resistencia a la tensión y al rompimiento. Esto en base a la combinación de características buscadas para aplicar dicha película como empaque en frutas y/o hortalizas para incrementar su vida de anaquel, además los resultados obtenidos aportan información de suma

importancia sobre las propiedades de las películas comestibles adecuadas para aumentar la vida útil de los productos alimenticios y mejorar su calidad, contribuyendo a optimizar su obtención y comportamiento y satisfacer la demanda de los consumidores por productos cada vez más naturales, seguros y benignos con el medio ambiente.

AGRADECIMIENTOS

El presente artículo es posible gracias a la colaboración del M.C Jesús Espinoza Zamora de la Universidad tecnológica del Suroeste de Guanajuato, por el apoyo técnico y al Consejo de Ciencia y Tecnología del estado de Guanajuato (CONCyTEG) por el financiamiento del proyecto, Convocatoria Investigadores Jóvenes 2015.

REFERENCIAS

- [1] Beltrán, M. A. (2012). Polimeros utilizados para la elaboracion de películas biodegradables.T. Temas selectos de ingeniería de los alimentos , 1.
- [2] Molina, E. B. (2003). Elaboración de recubrimientos comestibles formulados con goma de mezquite y cera de candelilla para reducir. 6.
- [3] Krochta, J.M. y De Mulder-Johnston C. (1997). Edible and Biodegradable Polymer Films: Challenges and Opportunities. Food Technol. 51(2): 61-74.
- [4] Verónica Trejo, N. A. (2001). Estimación de la permeabilidad al vapor de agua en películas a base. Revista de la Sociedad Química de México, Vol. 45, , 1.
- [4] Park, J. H.; Weller, L.C.; Vergano, J.P. and Testin, R.F., J. FoodSci. 1993, 58, 1361.
- [5] ASTM international. 2005. Standard Test Methods for Water Vapor Transmission of Materials ASTM E 96/E 96M –05. United States.11p.
- [6] Industrial Test Sistem, I. (2017). Obtenido de <http://www.sensafe.com/conversion-formulas/>.
- [7] Metrología, C. N. (2013). Evaluación técnica y Verificación de instrumento prototipo. 3.
- [8] Verónica Trejo, Nidia Aragón y Patricia Miranda. (2000). Estimación de la permeabilidad al vapor de agua de películas a base de quitosán, Sección de biotecnología, Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán, Universidad Nacional Autónoma de México.
- [9] McHugh, TH. (1994). Milk-protein-based edible films and coatings. Food Technol 48(1):97-103.