

DESARROLLO DE UN BIOMATERIAL A PARTIR DE ALMIDÓN MODIFICADO DE YUCA, AGENTE ANTIMICROBIANO Y PLASTIFICANTE

DEVELOPMENT OF A BIOMATERIAL FROM MODIFIED CASSAVA STARCH, ANTIMICROBIAL AGENT AND PLASTICIZER

DESENVOLVIMENTO DE UM BIOFILME A PARTIR DE AMIDO DE MANDIOCA MODIFICADO, AGENTE ANTIMICROBIANO E PLASTIFICANTE

MARIO GERMÁN ENRÍQUEZ-COLLAZOS¹, REINALDO VELASCO-MOSQUERA², ALEJANDRO FERNANDEZ-
QUINTERO³, LILY MARCELA PALACIOS⁴, DEISY JOHANA RUALES-MADROÑERO⁵

RESUMEN

La mala disposición de materiales de empaques derivados del petróleo ha causado gran impacto ambiental, por ello se han adelantado investigaciones para reemplazar estos materiales por productos biodegradables, siendo el almidón una alternativa para ello. En esta investigación se obtuvo y caracterizó un material por extrusión a partir de almidón de yuca modificado, plastificante y un agente antimicrobiano para elaborar películas biodegradables. Se trabajaron como variables de procesamiento el perfil de temperatura, contenido de agente antimicrobiano y de plastificante. Se evaluaron las variedades de almidón de yuca

Recibido para evaluación: 16/01/2013. **Aprobado para publicación:** 24/01/2014

- 1 Universidad Cooperativa de Colombia sede Popayán. Facultad de Ingenierías. Grupo de Investigación GTC. Magister en Ingeniería de Alimentos. Popayán. Colombia.
- 2 Universidad del Cauca. Facultad de Ciencias Agropecuarias. Departamento de Agroindustria. Magister en Administración de Empresas. Grupo de Investigación ASUBAGROIN. Popayán. Colombia
- 3 Universidad del Valle. Escuela de Ingeniería de Alimentos. Grupo de investigación GIPAB. Doctor en Ciencias de los Alimentos. Cali. Colombia.
- 4 Universidad del Cauca. Facultad de Ciencias Agropecuarias. Grupo de Investigación ASUBAGROIN. Ingeniera Agroindustrial. Popayán. Colombia.
- 5 Universidad del Cauca. Facultad de Ciencias Agropecuarias. Grupo de Investigación ASUBAGROIN. Ingeniera Agroindustrial. Popayán. Colombia.

Correspondencia: mario.enriquezc@campusucc.edu.co

CUMBRE 3, SM 707-17 y CM 7138-7; se determinaron propiedades térmicas, mecánicas, de superficie y las condiciones de operación óptimas para la obtención del biomaterial. Adicionalmente se realizó una prueba de inhibición microbiana. Cuando los contenidos de plastificante y de agente antimicrobiano se encontraron entre 20% y 25% y entre 0,1% y 0,2%, respectivamente y a una temperatura de proceso en las zonas del extrusor de 110°C/120°C/120°C/110°C, se obtuvo el mayor valor de tensión de las películas (2,393 MPa). La Tg de las películas de la variedad CM 7138-7 en el día 1 y el día 21 luego de obtenidas presentó menor variación. La prueba antimicrobiana indicó que hubo inhibición del hongo Fusarium.

ABSTRACT

Inadequate disposition of petroleum based package materials has caused large environmental impact. Many researches have been developed trying to replace this materials by biodegradable products, been starch an alternative. In this study a biomaterial from modified starch, plasticizer and antimicrobial agent was obtained by extrusion and characterized, for biodegradable films making. Cassava starch varieties CUMBRE 3, SM 707-17 and CM 7138-7 were evaluated; thermal, mechanical and surface properties was obtained and optimum operating conditions for biomaterial obtaining. Additionally a microbial inhibition test was performed. When antimicrobial agent and plasticizer content were among 20% and 25% and among 0,1% and 0,2% respectively and extrusion processing temperature of 110 °C/120 °C/120 °C/110 °C, highest film strain stress were obtained (2,393 MPa). Tg films from CM 7138-7 variety in day 1 and day 21 then of obtained, had less variation. Antimicrobial test shows Fusarium fungus inhibition.

RESUMO

A má disposição dos materiais de embalagem derivados do petróleo tem causado impacto ambiental significativo, por esta razão têm avançado pesquisas para substituir esses materiais por produtos biodegradáveis, assim, amido ser uma alternativa para ele. Nesta pesquisa foi obtido e caracterizado um material por extrusão partir de amido de mandioca modificado, plastificante e um agente antimicrobiano para desenvolver películas biodegradáveis. Como variáveis de processamento foram trabalhadas o perfil de temperatura, conteúdo de agente antimicrobiano e de plastificante. Foram avaliadas as variedades de amido de mandioca CUMBRE 3, SM 707-17 e CM 7138-7; foram determinadas as propriedades térmicas, mecânicas e de superfície e as condições de operação ótimas para a obtenção de um biofilme. Foi realizado o teste de inibição microbiana, além disso. Quando os conteúdos de agente antimicrobiano e plastificante foram entre 20% e 25% e entre 0,1% e 0,2%, respectivamente, e temperatura de extrusão 110°C/120°C/120°C/110°C foi obtido o maior valor de tensão nos biofilmes (2,393 MPa). A Tg dos biofilmes da variedade CM 7138-7 no dia 1 e dia 21 depois de obtidas apresentaram menor variação. O teste antimicrobiano indicou que houve inibição do fungo Fusarium.

PALABRAS CLAVES:

Extrusión, Película Biodegradable, Propiedades Térmicas, Propiedades Mecánicas, Inhibición Antimicrobiana.

KEY WORDS:

Extrusion, Biodegradable Film, Thermal Properties, Mechanical Properties, Antimicrobial Inhibition.

PALAVRAS CHAVE:

Extrusão, Filme Biodegradável, Propriedades Térmicas, Propriedades Mecânicas, Inibição Antimicrobiana.

INTRODUCCIÓN

A nivel mundial es conocido el impacto ambiental causado por la mala disposición de empaques y materiales derivados elaborados a partir de derivados del petróleo. Con el fin de brindar una o varias posibles soluciones para mitigar este efecto, desde hace algunas décadas se han adelantado investigaciones para reemplazar estos materiales por productos biodegradables obtenidos a partir de fuentes renovables animales, vegetales, entre otros. Los polímeros naturales son degradables y entre estos el almidón ha recibido mucho interés puesto que al procesarlo se convierte en un material termoplástico que posee buenas propiedades mecánicas y de barrera [1]. Las propiedades fisicoquímicas de los almidones nativos pueden mejorarse por medio de diversas modificaciones, facilitando así su capacidad para formar películas y a su vez brindarles mayor resistencia frente a la disminución de viscosidad por la adición de ácidos, calor, acción mecánica (esfuerzo cortante), además de disminuir su tendencia a la retrogradación [2]. Así, Bonilla (2010), realizó modificación enzimática a siete variedades de almidón de yuca para determinar su efecto sobre las propiedades de películas flexibles y encontró que el esfuerzo de tensión fue mayor en las películas obtenidas a partir de almidón con grado de modificación de 7% de dextrosa equivalente (DE), respecto a las películas hechas con almidón nativo y con almidones con mayor grado de DE [3].

El proceso de termoplastificación del almidón modificado realizado por extrusores está influenciado por las condiciones de proceso como la temperatura y el contenido de plastificante [1]. García-Tejeda *et. al.*, (2011) elaboraron y caracterizaron películas a partir de almidón oxidado de plátano, logrando obtener un almidón con menos impurezas y más blanco con potencial en la fabricación de empaques biodegradables por extrusión [4]. Tongdeesoontorn *et. al.*, (2011), estudiaron el efecto de la adición de carboximetilcelulosa (CMC) sobre las propiedades físicas de películas biodegradables elaboradas a partir de almidón de yuca, encontrando que la adición del CMC incrementó el esfuerzo de tensión de las películas y redujo la elongación. Los autores sugirieron que las películas compuestas de CMC y almidón de yuca podrían usarse para el empaque de alimentos de baja humedad y de productos farmacéuticos [5]. Así mismo Ghanbarzadeh *et. al.*, (2010), estudiaron las propiedades físicas de películas comestibles hechas a partir de almidón de maíz y CMC logrando un incremento de más del 59% en la fuerza de tensión de

las películas respecto a las películas hechas de sólo de almidón [6]. Fabra *et. al.*, (2012) estudiaron el efecto de la incorporación de ácidos grasos a películas hechas a partir de almidón de maíz con el fin de disminuir la higroscopicidad de las mismas. La incorporación de ácidos grasos saturados logró disminuir la permeabilidad al vapor de agua de las películas pero incrementó la cristalinidad en el periodo de almacenamiento [7]. Long *et. al.*, (2011) estudiaron el efecto del contenido de amilosa del almidón de maíz sobre el proceso de obtención de películas comestibles y sus propiedades fisicoquímicas, encontrando que cuando el contenido de amilosa fue mayor, el procesamiento por extrusión fue más difícil, sin embargo, las propiedades mecánicas y térmicas de estas películas fueron mejores [8].

El objetivo de esta investigación fue obtener un material polimérico por extrusión de tornillo simple a partir de almidón de yuca modificado, plastificante y un agente antimicrobiano con el fin de elaborar películas activas por extrusión y realizar su posterior caracterización. Al monitorear el comportamiento de las películas mediante pruebas para determinar propiedades térmicas, mecánicas y de superficie, se determinaron las mejores condiciones de proceso para la producción del material.

MÉTODO

Materiales

Se utilizaron las variedades de almidón de yuca CUMBRE 3, CM 7138-7 y SM 707-17 cultivadas en la finca Campo Alegre en el Municipio de Morales, Departamento del Cauca y el proceso de extracción del almidón se llevó a cabo en las instalaciones de la rallería de propiedad de la Sociedad para el Desarrollo Tecnológico Agroindustrial, en el Municipio de Santander de Quilichao, (Cauca). En el proceso de tamizado se utilizó un tamiz Tyler número 60 de tamizadora MAXTECH con timer modelo TH3D. Para el proceso de modificación se utilizó óxido de propileno (Merck), NaOH (> 99% de pureza, Merck) y Na₂SO₄ (> 99% de pureza, Merck). Para la obtención de las películas se utilizó glicerol grado analítico (pureza 99,7 %, DISAN) y como agente antimicrobiano extracto etanólico de capsicum (20% de capsaicina, CAPSACORP). Para la prueba de inhibición microbiana se utilizó caldo de cultivo PDA (Oxoid)

Equipos. El grado de modificación de los almidones hidroxipilados se midió en un equipo de UV-VIS Shi-

madzu UV 1800, la obtención de películas se hizo en un extrusor de tornillo simple compacto, marca Haake PolyLab OS, Alemania, el cual consta de un tornillo sin fin de 475 mm de longitud (L) y 19 mm de diámetro (D) con una relación L/D 25:1 y barril con tres zonas independientes de calentamiento y/o enfriamiento; la relación de compresión del tornillo fue de 5:1. Las propiedades mecánicas fueron medidas en una máquina universal de ensayos marca Shimadzu EZ-L, mientras que las propiedades térmicas se determinaron en un equipo modulado de Calorimetría de Barrido Diferencial (DSC) [TA Instrument, Q 20 series]. La determinación morfológica se llevó a cabo usando un microscopio óptico de Alta Resolución (Nikon Japan ECLIPSE 80i), ubicado en la Unidad de Microscopía Electrónica de la Universidad del Cauca.

MÉTODOS

Proceso de reducción de tamaño y tamizado. Las muestras de almidón se trituraron con un molino analítico y posteriormente se pasaron por un tamiz de malla número 60.

Proceso de modificación. Se desarrolló en el Laboratorio de Biotecnología de la Universidad del Cauca. Los almidones nativos se modificaron en un reactor agregando óxido de propileno en presencia de NaOH y Na_2SO_4 a pH 11,3. Se agregó 16% de óxido de propileno con respecto al peso seco del almidón y se dejó reaccionar a 40°C/8 horas con agitación constante. Después el almidón fue lavado con agua destilada y secado en horno Binder hasta humedad entre el 10% y el 12% en base húmeda. Se determinó el grado de sustitución molar de los almidones modificados mediante un equipo de espectrofotometría de absorción UV-VIS a través del contenido de grupos hidroxipropil en el almidón [2].

Proceso de extrusión. Se desarrolló en el laboratorio de Reología, Empaque y Textura de la Universidad del Cauca. Se emplearon mezclas de almidón modificado de cada variedad, plastificante y agente antimicrobiano para termoplastificarlas. Inicialmente se realizó una medición de humedad del almidón mediante balanza de infrarrojo para cada una de las variedades y se ajustó entre 15% y 20%. Estas mezclas se procesaron a una velocidad de tornillo constante (40 rpm) y temperaturas de 100, 110, 110 y 90°C (dado) y se obtuvieron pellets. Los pellets se sometieron a una segunda extrusión para obtener las películas por extrusión

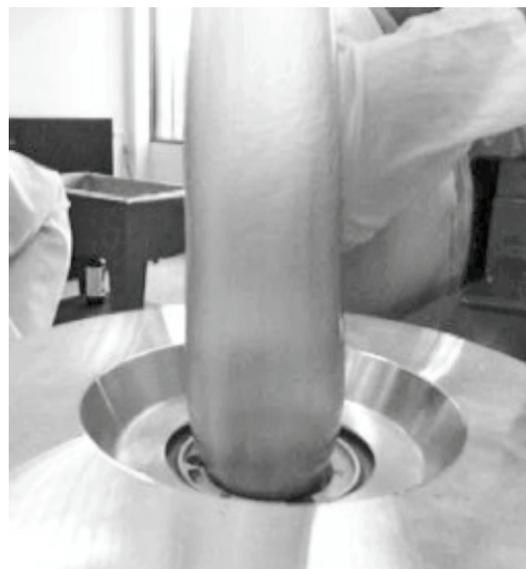
soplado (Figura 1) que facilitaron su evaluación. La velocidad de tornillo en el extrusor se mantuvo constante (80 rpm). A continuación las muestras obtenidas se almacenaron por 21 días en una cámara ambiental Binder a 25 °C y 50% de humedad relativa.

Pruebas de caracterización. En el estudio se aplicaron las siguientes pruebas para caracterizar a las películas:

Propiedades mecánicas. Las películas obtenidas fueron evaluadas mediante la prueba de tracción y elongación siguiendo el procedimiento establecido por la norma ASTM D882 [9]. La evaluación se llevó a cabo en el Laboratorio de Reología, Textura y Empaque de la Universidad del Cauca

Calorimetría de barrido diferencial (DSC). Se realizó la prueba a las películas en los días 1 y 21 luego de obtenidas con base en la norma ASTM D 3418-08 [10]. Se obtuvieron la temperatura de transición vítrea (T_g) y la temperatura de fusión (T_m). Se pesaron entre 5 y 10 mg de muestra de película y se ingresó en una cápsula de aluminio la cual se selló herméticamente. Se hizo un descenso de la temperatura de la muestra hasta -20°C a una velocidad de 10°C/min y posteriormente se incrementó la temperatura hasta 250°C a la misma velocidad para hacer borrado térmico del material. Posteriormente, se hizo un descenso de la temperatura a igual velocidad hasta -20°C y se incrementó hasta

Figura 1. Película de almidón modificado



250°C, finalmente la temperatura fue disminuida hasta 40°C. La temperatura de fusión (T_m) y entalpía de fusión (ΔH) se obtuvieron en el primer ciclo de calentamiento. La temperatura de transición vítrea (T_g) se midió en el segundo ciclo.

Microscopía Óptica de Alta Resolución (MOAR). Las películas de almidón termoplástico modificado de las variedades CM 7138 -7, CUMBRE 3 y SM 707 -17 se cortaron en probetas de 10 cm por 2 cm y se ubicaron sobre un portaobjetos. Posteriormente, se procedió a tomar las fotomicrografías con los objetivos de 4x y 10x para cada variedad. Se observó la superficie de las películas con el fin de hacer determinaciones cualitativas del efecto de la variedad de almidón y de las condiciones de proceso de obtención de las películas sobre la homogeneidad de éstas.

Prueba de inhibición microbiana de las películas activas. Se determinó la capacidad antimicrobiana de las películas activas debida a la capsaicina incorporada. Para ello se realizó un aislamiento microbiano siguiendo la metodología de Hoyos [11] y posteriormente se ejecutó una prueba de inhibición de acuerdo con la metodología propuesta por García [12] con algunas modificaciones. Se observó la capacidad de inhibición de los hongos *Fusarium* y *Penicillium*.

Diseño experimental. En la obtención de las películas por extrusión de cada variedad de almidón se llevó a cabo un diseño factorial 2^3 con tres factores: temperatura (entre 100°C – 110°C/ 110°C – 120°C/ 110°C – 120°C/ 100°C - 110°C), contenido de agente antimicrobiano (entre 0,1% y 0,2% del peso de la mezcla entre almidón y glicerol) y contenido de glicerol (entre 20% y 30% del peso húmedo del almidón). Las variables de respuesta fueron esfuerzo (MPa), elongación (%) y módulo de Young (MPa). Se obtuvo superficie de respuesta con el programa MATLAB (versión 7.6.0.3.324 R2008a, de MathWorks, Inc.).

RESULTADOS

Se cuantificó el grado de sustitución del almidón modificado en las tres variedades de almidón de yuca. El valor de la sustitución molar (SM) se presenta en el Cuadro 1.

Para almidón de maíz y amaranto hidroxipropilado se reportan resultados de sustitución molar de 0,133 y 0,142 respectivamente [13]. Como se puede obser-

Cuadro 1. Sustitución molar de almidones modificados por hidroxirpopilación.

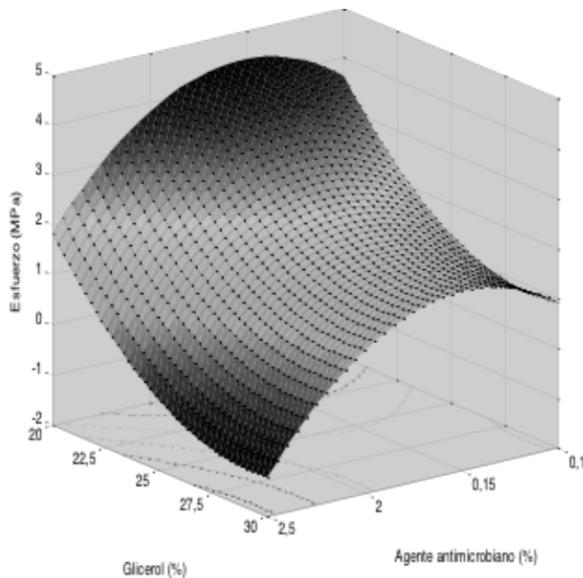
Variedad	Sustitución molar (SM)
CM 7138-7	0,0082903
CUMBRE 3	0,0074506
SM 707-17	0,0107988

var, el nivel de modificación del almidón de yuca es inferior a lo reportado anteriormente, lo cual indica poca cantidad de grupos hidroxipropil en su estructura; estas diferencias en el grado de modificación están sujetas a variaciones en la susceptibilidad al óxido de propileno de cada almidón. Dicha susceptibilidad está influenciada por diversos factores asociados no solo con el origen botánico del almidón sino también con la variedad, en cuanto a tamaño, química, arquitectura del gránulo y distribución de tamaño [14].

Propiedades como la resistencia mecánica y la flexibilidad dependen de la resistencia y carácter de la región cristalina, la cual depende de la relación de amilosa y amilopectina [15]. En el Cuadro 2 se presenta el porcentaje de amilosa de las tres variedades de almidón de yuca estudiadas, cuyos valores fueron obtenidos en otro estudio [16]; se nota que la variedad CM 7138-7 tuvo mayor porcentaje que la variedad SM 707-17. El contenido de amilosa de un almidón es complementario con el de amilopectina, y cuanto mayor sea el contenido de ésta última mayor será la cristalinidad del almidón [17]. De ésta manera, puede suponerse que el porcentaje de cristalinidad de la variedad CM 7138-7 fue menor que el de la variedad SM 707-17, debido a su menor contenido de amilopectina. La existencia de cristales o de gránulos residuales tiene un efecto negativo sobre las propiedades del material soplado, pues estos pueden considerarse como puntos débiles en el material que podrían causar fallas o fracturas en la elasticidad biaxial de la burbuja y por consiguiente restringir el grado de expansión o elongación de ésta [17].

Propiedades mecánicas. Las películas que presentaron los mejores comportamientos con respecto a las propiedades mecánicas de esfuerzo, elongación y módulo de Young fueron las elaboradas a partir de la variedad CM 7138-7. Los resultados obtenidos indicaron que el contenido de glicerol y de agente antimicrobiano fueron los factores de mayor influencia sobre las propiedades mecánicas (Figura 2). Las superficies de respuesta muestran que los tratamientos con un porcentaje de glicerol bajo (20%) presentaron un esfuerzo mayor, así mismo, se observó que al aumentar el porcentaje de glicerol (30%), la resistencia a la tensión disminuyó. Esto es debido al efecto que

Figura 2. Superficie de respuesta para esfuerzo de películas de la variedad de almidón CM 7138-7.



produce el plastificante que es la reducción de las fuerzas intermoleculares, debilitando los puentes de hidrógeno y haciendo el material más flexible y menos resistente [18, 19, 20], ya que la inserción de moléculas de plastificante en la matriz polimérica modifica la organización y la energía involucrada en la estructura tridimensional del polímero [21, 22, 23, 24].

Respecto al agente antimicrobiano éste pudo haber afectado al esfuerzo debido a que el principio activo utilizado en la investigación se encuentra incorporado en una oleoresina, lo cual también contribuye a actuar como otro plastificante. Para la prueba de elongación pudo observarse que cuanto mayor fue el contenido de plastificante se produjo una reducción de la elongación. Esto generó películas con textura frágil debido a que el exceso de plastificante provee una alta fragilidad por la disipación de las fuerzas que se dan entre los enlaces de la nueva matriz polimérica (efecto anti-plastificante) [25, 10], por lo anterior se presentó una mejor elongación para los tratamientos que tuvieron un contenido de glicerol de 25%. Esto está relacionado con la organización molecular de las cadenas poliméricas que rompen sus enlaces y disminuyen las fuerzas de atracción en los anillos de las moléculas de glucosa, generando una disminución en el esfuerzo y aumentando la elongación, esto se debe a que pequeñas moléculas de los plastificantes penetran al interior de los gránulos del almidón a altas condiciones de temperatura, presión y velocidad de cizalla [25].

Según los resultados obtenidos por la metodología de superficie de respuesta se pudo concluir que las mejores condiciones para obtener mayores valores en las propiedades mecánicas se obtuvieron cuando el contenido de glicerol y de agente antimicrobiano fue entre 20% y 25% y entre 0,1% y 0,2% respectivamente. La metodología de superficie de respuesta permitió determinar las condiciones más apropiadas para mejorar el esfuerzo sin que la elongación sufriera una reducción desfavorable, lo cual se logró al trabajar con un contenido de glicerol de 22,5% y 0,2% de agente antimicrobiano.

Calorimetría de barrido diferencial (DSC). La temperatura de transición vítrea (T_g) y dos picos endotérmicos correspondientes a dos temperaturas de fusión (T_m) se identificaron en todas las muestras (Cuadro 3). El primer pico (T_{m1}) se asoció a la fusión de gránulos de almidón o partes de éstos que no lograron gelatinizar completamente en el proceso de extrusión como remanentes de amilosa cristalina o también podría asociarse a la formación de complejos amilosa-lípido [26]. El segundo pico (T_{m2}) se asoció con la fusión del sistema glicerol - almidón.

Investigaciones han establecido la relación de la T_g con las propiedades mecánicas, al plantear que cuando está disminuye, la movilidad de las cadenas poliméricas del almidón aumenta debido al incremento del plastificante en la matriz polimérica afectando el comportamiento de las propiedades mecánicas (el esfuerzo disminuye y la elongación aumenta) [25]. Mitrus (2004) [27], demostró que la T_g de un material disminuye casi linealmente con un incremento en el contenido de glicerol. Normalmente la T_g se incrementa en el tiempo debido a la recristalización de las moléculas de amilopectina [28]. En cuanto a la T_g de todas las películas luego de 21 días de elaboradas, ésta varió entre 61,54°C y 67,53°C (Cuadro 3). En todos los casos la T_g a los 21 días siempre fue menor que la del día 1. Dicho comportamiento podría atribuirse a una reorganización de las moléculas del plastificante y también

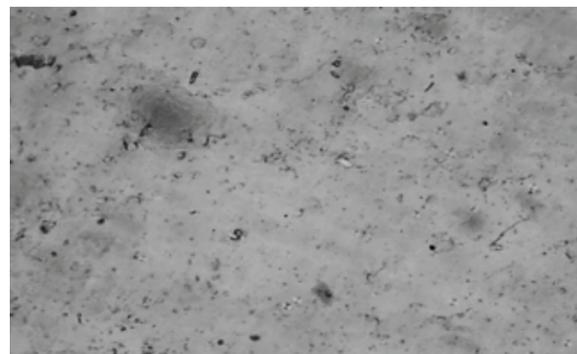
Cuadro 2. Composición en amilosa y amilopectina de las variedades de almidón de yuca estudiadas.

Variedad	Contenido de amilosa (g/100 g almidón)	Contenido de amilopectina (g/100 g almidón)
CM 7138-7	24,09	75,27
SM 707-17	22,58	76,85
CUMBRE 3	21,58	77,83

a la de las dobles hélices de las cadenas laterales de la amilopectina [29]. La tendencia a la disminución de éste parámetro térmico con el aumento en el tiempo de almacenamiento se debió posiblemente a que las películas se almacenaron a humedad relativa de 50 % y a temperatura inferior (25°C) a la de su Tg (en un estado vítreo), por ende cuando incrementó el tiempo de almacenamiento alcanzaron el equilibrio termodinámico y por tanto la Tg disminuyó [30]. La Tg de las películas obtenidas a partir de la variedad CM 7138-7 fue la que presentó menor variación a los 21 días con respecto a las películas obtenidas a partir de las otras dos variedades. Debido al contenido de amilopectina de la variedad SM 707-17, es posible que luego del proceso de extrusión las películas de la variedad SM 707-17 tuvieran mayor presencia cristales remanentes, a pesar del efecto de la temperatura de proceso y de las fuerzas de cizalla producidas en el equipo, reflejándose esto en la obtención de una Tg mayor que la de las demás películas.

Microscopia óptica de alta resolución (MOAR). En la Figura 3 se presenta una microfotografía de una muestra de película obtenida a partir de almidón de yuca de la variedad CM 7138-7 con 20% de glicerol y 0,2% de agente antimicrobiano. En general, en todas las películas se observó una fase continua formada por los componentes, así como superficies rugosas con poros y fracturas lo cual es característico en las películas elaboradas por extrusión. Se identificó heterogeneidad debida quizá a la cantidad de plastificante adicionada, la cual cuando fue mayor permitió obtener más regiones lisas en las superficies de las películas (no se muestra microfotografías de películas de las demás variedades de almidón estudiadas y sus tratamientos) [31], indicando que este aditivo afectó la microestructura de película de almidón de yuca [21]. Otro estudio

Figura 3. Microfotografía a 4x de película obtenida de la variedad de almidón de yuca CM 7138-7.



plantea que la poca solubilidad de los polímeros en los plastificantes puede generar separación de fases en el interior de la matriz termoplástica entre estos y los polímeros del almidón, debido a la rápida recristalización de los polímeros [32]. La presencia de regiones lisas está relacionada con el tamaño y la forma del gránulo de almidón y la concentración del glicerol en las mezclas. Alto contenido de glicerol en las películas genera más zonas lisas [33].

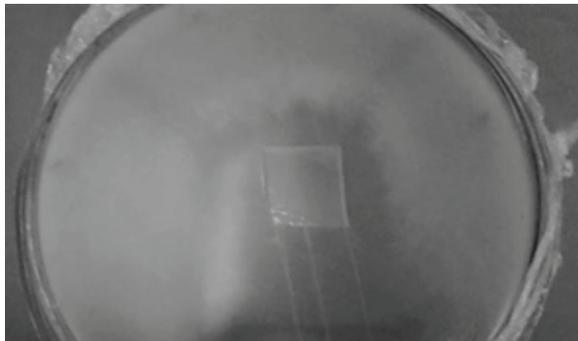
La microfotografía muestra que el agente antimicrobiano brindó a la película una coloración naranja lo cual se atribuyó a la capsaicina que contiene el agente antimicrobiano, la cual se caracteriza por ser de color; sin embargo se puede observar que el agente no está disperso en la película de forma homogénea ya que por su naturaleza es insoluble en agua y soluble en lípidos [34].

Prueba de inhibición microbiana de las películas activas. El aislamiento de microorganismos patógenos a partir de un fruto de plátano en descomposición permitió obtener dos tipos de hongos los cuales, debido a sus características fueron identificados como *Fusarium* y *Penicillium*. Se determinó que hubo inhibición del *Fusarium* en las muestras con 0,2% de agente antimicrobiano, más no en las muestras con 0,1%. Tal inhibición disminuyó cuando se hizo siembra de los dos hongos o siembra compuesta. En la Figura 4 puede observarse el halo de inhibición sobre el *Fusarium* en una muestra de película obtenida a partir de la variedad CM 7138-7 con 0,2% de agente antimicrobiano. En ésta puede notarse que no hay crecimiento del hongo a partir de cierta distancia de la película, aproximadamente desde 0,5 cm alrededor.

Cuadro 3. Propiedades térmicas de las películas.

Película	Día	Tg (°C)	Tm ₁ (°C)	Tm ₂ (°C)
CM 7138-7	1	69,06	156,63	176,73
	21	67,53	156,92	189,26
CUMBRE 3	1	77,42	158,09	203,4
	21	61,54	No detectada	178,15
SM 707-17	1	77,52	No detectada	160,37
	21	66,64	156,13	182,26

Figura 4. Inhibición de hongo *Fusarium* en muestra de película obtenida de la variedad CM 7138-7.



En cuanto a *Penicillium*, éste no fue inhibido en las muestras de películas con 0,2% de agente antimicrobiano, este hongo creció y esporuló por encima del material evaluado.

CONCLUSIONES

Las condiciones más apropiadas para mejorar el esfuerzo de las películas de almidón modificado sin que la elongación sufra una reducción desfavorable, se lograron al formular y procesar las películas con un contenido de plastificante de 22,5 g glicerol/100 g de almidón seco y 0,2 g de agente antimicrobiano/100 g mezcla de almidón más agente antimicrobiano.

El glicerol fue encontrado como el factor más influyente en las propiedades mecánicas, por lo que requiere de especial control, ya que porcentajes superiores a 25% de glicerol no permiten obtener altos valores en las propiedades como esfuerzo y elongación.

El perfil de temperatura en el nivel alto (110°C/120°C/120°C/110°C) presentó los mejores resultados debido a que pequeñas moléculas de los plastificantes penetran al interior de los granulos del almidón a altas condiciones de temperatura, presión y velocidad de cizalla.

La presencia de regiones lisas en las películas biodegradables está relacionada con la concentración del glicerol en las mezclas, debido a que los altos contenidos de glicerol en las películas generan un número mayor de estas zonas.

La adición de extracto etanólico de capsicina a las películas logró la inhibición del hongo *Fusarium*. No se

logró inhibición del *Penicillium* incluso cuando el contenido de agente antimicrobiano fue mayor (0,8 %).

REFERENCIAS

- [1] XIAO, M., LU, D. and XU, S. Starch-based completely Biodegradable Polymer Materials. *Express polymer letters*, 2 (6), 2009, p. 366–375.
- [2] ENRIQUEZ, M., VELASCO, R. y FERNANDEZ, A. Caracterización de almidones de yuca nativos y modificados para la elaboración de empaques biodegradables. *Biotecnología en el sector agropecuario y agroindustrial*, 11 (1), 2013, p. 11.
- [3] BONILLA, R. Modificación enzimática de almidón obtenido de siete variedades de yuca (*Manihot sculenta* Crantz) para el desarrollo de películas flexibles [Tesis de pregrado Ingeniería Agroindustrial]. Popayán (Colombia): Universidad del Cauca, Facultad de Ciencias Agropecuarias, 2010, 125 p.
- [4] GARCIA-TEJEDA, Y.V., ZAMUDIO-FLORES, P.B., BELLO-PEREZ, L.A., ROMERO-BASTIDA, C.A. y SOLORZA-FERIA, J. Oxidación del almidón nativo de plátano para su uso potencial en la fabricación de materiales de empaques biodegradables: caracterización física, química, térmica y morfológica. *Revista Iberoamericana de Polímeros*, 12 (3), 2011, p. 125-135.
- [5] TONGDEESOONTORN, W., MAUER, L., WONGRUONG, S., SRIBURI, P., and RACHTANAPUN, P. Effect of carboxymethyl cellulose concentration on physical properties of biodegradable cassava starch-based films. *Chemistry Central Journal*, 5 (6), 2011, 8 p.
- [6] GHANBARZADEH, B., AMASI, H. and ENTEZAMI, A. Physical properties of edible modified starch/carboxymethyl cellulose films. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 11, 2010, p. 697-702.
- [7] FABRA, M.J., JIMENEZ, A., TALENS, P. and CHIRALT, A. Effect of recrystallization on tensile, optical and water vapour barrier properties of corn starch films containing fatty acids. *Food Hydrocolloids*, 26, 2012, p. 302-310.
- [8] LONG, Y., MING, L., PENG, L., WEI, Z., FENGWEI, X., HUAYIN, P., HONGSHEN, L. and LING, C. Extrusion processing and characterization of edible starch films with different amylose contents. *Journal of Food Engineering*, 106, 2011, p. 95-101.
- [9] STANDARD TEST METHOD FOR TENSILE PROPERTIES OF THIN PLASTIC SHEETING. ASTM D 882. West Conshohocken (USA): 2009.

- [10] STANDARD TEST METHOD FOR TENSILE PROPERTIES OF THIN PLASTIC SHEETING. ASTM D 3418: Standard Test Method for Transition Temperatures and Enthalpies of Fusion and Crystallization of Polymers by Differential Scanning Calorimetry. West Conshohocken (USA): 2008.
- [11] HOYOS, J. L. Práctica de aislamiento de microorganismos. Popayán (Colombia): laboratorio de Biotecnología, Facultad de Ciencias Agropecuarias, Universidad del Cauca, 2008.
- [12] GARCÍA, F. Método de difusión con disco en agar [online]. 2005. Disponible: www.netropica.org/bacteriología/DifusionKB.pdf [citado 28 de abril de 2013].
- [13] PAL, J., SINGHAL, P. and KULKARNI, P.R. A comparative account of conditions of synthesis of hydroxypropyl derivative from corn and amaranth starch. *Carbohydrates Polymers* 43 (2), 2000, p. 155-162.
- [14] TESTER, R. and KARKALAS, J. Starch composition, fine structure and architecture. *Journal of Cereal Science*, 39, (2), 2004, p. 151-165.
- [15] GARCÍA, J., ZAMUDIO, V., BARUK, P., BELLO, L., ROMERO, C. y SOLORZA J. Elaboración de Películas de Almidón Oxidado de Plátano (*Musa Paradisiaca* L) por extrusión y su caracterización parcial [M.Sc. Tesis Ciencias en Desarrollo de Productos Bióticos]. Morelos (México): Instituto Politécnico Nacional Disponible, Centro de Desarrollo de Productos Bioticos, 2008, p. 122.
- [16] COLOMBIA. MINISTERIO DE AGRICULTURA Y DESARROLLO RURAL. Proyecto de investigación: Producción y caracterización de películas flexibles biodegradables por extrusión de tornillo simple a partir de almidón de yuca, plastificante y PLA. Popayán (Colombia): Universidad del Cauca, 2011.
- [17] THUNWALL, M., ALTSKAR, A., ANDERSSON, R., BOLDIZAR, A., KOCH, K., STADING, M. and RIGDAHL, M. Some effects of processing on the molecular structure and morphology of thermoplastic starch. *Carbohydrate Polymers*, 71 (4), 2008, p. 591-597.
- [18] SOBRAL, P. and HABITANTE, A. Phase transition of pigskin gelatin. *Food Hydrocolloids*, 15 (4), 2001, p. 377-382.
- [19] ROSAS, M. y ZAMBRANO, M. Sorción de agua y transiciones de fase en harina de amaranto (*A. cruentus*) [online]. 2006. Available: http://azul.bnct.ipn.mx/Libros/vision_alimentos/Tomol/186.pdf [Citado 8 de septiembre de 2012].
- [20] ACOSTA, H., VILLADA, H., NARVÁEZ, A., ESCANDÓN, J., RAMÍREZ, P., y BERNARDO, O. Efecto de las variables de operación de un extrusor de uso sencillo sobre las propiedades mecánicas de almidón termoplástico hecho de almidón agro de yuca. *Biotecnología en el Sector Agropecuario y Agroindustrial*, 2 (1), 2004, p. 18-26.
- [21] BERGO, R., CARVALHO, P., SOBRAL, R., DOS SANTOS, F., SILVA, J., PRISON, J., SOLORZA-FERRIA, A., e HABITANTE, A. Physical properties of edible films based on cassava starch as affected by the plasticizer concentration. *Packaging Technology and Science*, 21(2), 2008, p. 85-89.
- [22] DIAS-ALVES, V. Effect of glycerol and amylose enrichment on cassava starch film properties. *Journal of Food Engineering*, 78, p. 941-946.
- [23] LIU, H., XIE, F., YU, L., CHEN, L. and LI, L. Thermal processing of starch-based polymers. *Progress in Polymer Science*, 34, 2009, p. 1348-1368.
- [24] GALDEANO, M., MALI, S., GROSSMANN, M.V.E., YAMASHITA, F. and GARCÍA, M. Effects of plasticizers on the properties of oat starch films. *Materials Science and Engineering*, 29, 2009, p. 532-538.
- [25] LONG, Y., FENGWEI, X., MING, L. PENG, L., HUAYIN, P., HONGSHEN, L. and LING, C. Extrusion processing and characterization of edible starch films with different amylose contents. *Journal of Food Engineering*, 106, 2011, p. 95-101.
- [26] LIU, H., XIE, F., YU, L., CHEN, L and LI, L. Thermal processing of starch-based polymers. *Progress in Polymer Science*, 34 (12), 2009, p. 1348-1368.
- [27] MITRUS, M. Influence of barothermal treatment on physical properties of biodegradable starchy biopolymers (in Polish) [Ph.D. thesis]. Lublin (Poland): Lublin Agricultural University, 2004.
- [28] JANSSEN, L. and MOSCICKI, L. *Thermoplastic Starch*. 1 ed. Weinheim (Alemania): Wiley-VCH, 2009, p. 258.
- [29] ACOSTA, H., VILLADA, H., TORRES, H. y RAMÍREZ, P. Morfología superficial de almidones termoplásticos agro de yuca y nativo de papa por microscopía óptica y de fuerza atómica. *Información Tecnológica*, 17 (3), 2006, p. 63-70.
- [30] ZAMUDIO, P. Caracterización estructural de películas elaboradas con almidón modificado de plátano y con quitosano [Ph.D. tesis]. Morelos (México): Instituto Politécnico Nacional, Centro de Desarrollo de productos bióticos, 2009, 141 p.
- [31] VELASCO, R., ENRÍQUEZ, M., TORRES, A., PALACIOS, L.M. y RUALES, D. J. Caracterización

- morfológica de películas biodegradables a partir de almidón modificado de yuca, agente antimicrobiano y plastificante. *Biotecnología en el sector agropecuario y agroindustrial*, 10 (2), 2012, p. 152-159.
- [32] YURYEV, V., NEMIROSVKAYA, I. and MASLOVA, T. Phase state of starch gels at different water contents. *Carbohydrate Polymers*, 26 (1), 1995, p. 43-46.
- [33] VEIGA-SANTOS, C., SUZUKI, K., NERY, M. and CEREDA, A. Evaluation of optical microscopy efficacy in evaluating cassava starch biofilms microstructure. *LWT – Food Science and Technology*, 41 (8), 2008, p. 1506-1513.
- [34] ALPIZAR, I., TRUJILLO, A. y HERRERA, F. Determinación de capsaicinoides en Chile Habanero (*Capsicum chinense* Jaq) colectado en Yucatán. *Proceedings of the 16th International Pepper Conference*. Tampico (México): 2002, p. 48–49.