



Revista Internacional de Investigación e Innovación Tecnológica

Página principal: www.riit.com.mx

Caracterización de una película biopolimérica formulada con mucílago de nopal (*Opuntia joconostle*)

López-García, F^a., Jiménez-Martínez, C^b., Delgado-Macuil, R^b

Escuela Nacional de Ciencias Biológicas del Instituto Politécnico Nacional. Carpio y Plan de Ayala s/n Colonia Santo Tomás. México D.F. C.P. 11340. Tel. (55)5729-6000 ext. 62462, fax 62463.

e-mail: fabiolalg410@hotmail.com y crisjm_99@yahoo.com

Centro de investigación en Biotecnología Aplicada del Instituto Politécnico Nacional. Carretera Estatal Tecuexcomac-Tepetitla Km. 1.5. Ex Hacienda San Juan Molino, Municipio de Tepetlixpa de Lardizabal. C.P. 90700, Tlaxcala México. Tel. 01(248)48707-65 rdelgadam@ipn.mx

Innovación tecnológica

Desarrollo de un bioplástico de componentes biodegradables y de desechos agroindustriales.

Área de aplicación industrial

Puede ser empleado en la industria farmacéutica (como blíster en medicamentos con protección UV ya que la película biopolimérica presenta valores de a^* negativos verde-amarillo, $L^*= 80-93$, $h^*= 91-96$ y $WI= 72-80$) en la industria alimentaria (en termo formado) y posiblemente si se aumentara su densidad (mayor a la obtenida de 1.77 g/cm^3) con algún aditivo puede ser empleado en autopartes de la industria automotriz ya que el material es auto-extinguible.

Recibido: 26 de enero 2016.

Aceptado: 25 de abril 2016.

Resumen

Se desarrollaron dos formulaciones de películas biopoliméricas de mucílago de nopal extraído ME y directo MD (25 %) con almidón de maíz (30 %), poli alcohol vinílico (12 %), quitosán (13 %) y glicerol (20 %) w/w peso seco en película seca, con tres volúmenes de vaciado dando origen a 3 diferentes espesores, para cada tipo de mucílago empleado. Desarrollándose por el método de fundición y evaporación de solventes. Mediante la caracterización inicial a través del análisis de combustibilidad y flamabilidad se encontró que es un material auto extingible (es difícil de incendiar), genera humos blancos, carboniza al final de la combustión, es flexible, translúcido y termofijo. En relación al análisis físico-químico presenta un pH en solución filmogénica de 6.57, en la identificación del plástico obtenido y en comparativa con un material de origen de hidrocarburos existe similitud con un poliéster insaturado, con una solubilidad intermedia entre el 44 y 52%. La densidad que presentó fue alta de 1.77 g/cm^3 en las películas de mayor espesor. El análisis de ángulo de contacto indicó que las películas biopolimérica presentan características

hidrofílicas a menores espesores e hidrofóbicas a mayores espesores. Los resultados de color fueron valores de a^* negativos amarillo-verde, $L^*= 80-93$, $h^*= 91-96$ y $WI= 72-80$. Las películas tienen un proceso ascendente de espesor dependiendo del volumen empleado en su preparación, para volúmenes de 25 ml se tuvieron espesores de $0.176-0.176 \mu\text{m}$, para 35 ml los espesores fueron de $0.242-0.253 \mu\text{m}$ y para 50 ml los espesores son de $0.390-0.368 \mu\text{m}$ tanto para MD como ME respectivamente, indicando un mayor grado de compactación en la matriz de la película en las formulas desarrolladas.

Palabras clave: Ángulo de contacto, Densidad, Mucílago *Opuntia joconostle*, solubilidad.

Abstract

In this work there were developed two formulations for obtain biopolymeric films employing mucilage extracted ME (with ethanol) and direct MD (25%), corn starch. (30%), Polyvinyl alcohol (12%), chitosan (13%) and glycerol (20%) w/w dry weight film, using three volumes drying, giving rise to three different thickness, for each type of employed mucilage. Both of them were developed by the method of casting and solvent evaporation. By initial characterization through analysis of combustibility and flammability was found to be self-extinguishing material (difficult to burn), it generated white smoke, charing the end of combustion, were flexible, translucent and thermoset. In regard to physicochemical analysis had a pH in filmogenic solution 6.57, while in the obtained plastic identification and comparing with the hydrocarbon original source exists similarity with an unsaturated polyester, showing an intermediate solubility (44-52%). The observed density in films thicker was high 1.77 g/cm^3 . The analyses of contact angle indicated that biopolymeric films presented hydrophilic characteristics at lower thickness and hydrophobic characteristics at bigger thickness.

The obtained color results showed values of negative a^* yellow-green, $L^*=80-93$, $h^*=91-96$ and $WI=72-80$. The films indicated an ascendent thickness process depending of employed volume during their preparation: For volumes of 25 ml were obtained thickness of $0.176-0.176 \mu\text{m}$, while for 35ml the thickness was $0.242-0.253 \mu\text{m}$ and for 50 ml the thickness was $0.390-0.368 \mu\text{m}$ such as for MD and ME respectively, indicate a bigger degree of compaction in the film matrix in developed formulates.

Key Words: Contact Angle, Density, Mucilage, *Opuntia joconostle*, solubility.

1. Introducción

Hoy en día, millones de toneladas de plástico se producen anualmente en todo el mundo y la producción y el consumo continúan en aumento creando serios problemas ambientales debido a la incapacidad de los materiales a biodegradarse. Con el fin de resolver los problemas generados por los residuos de plástico, se han realizado diversas investigaciones con el fin de obtener un material amigable con el medio ambiente para la producción de películas biodegradables y comestibles para diversas aplicaciones y usos [1].

Recientemente los biopolímeros naturales han recibido mucha atención [2]. Y en especial aquellos nuevos materiales, que puede ser extraído de recursos naturales renovables siendo elementos clave de la flora mexicana, especialmente aquellos que no requieren de una gestión agrícola específica, como es el caso del género *Opuntia*, donde México tiene la mayor diversidad, con más de 100 especies [3]. Estos se caracterizan por su producción de mucílago. El mucílago es un carbohidrato complejo y es un componente con excelentes perspectivas como aditivo no sólo para la industria de alimentos, sino también para

otros usos industriales, como en la producción de bioplásticos [4].

En el presente trabajo se desarrolló una película biopolimérica de mucílago de nopal xoconostle (*Opuntia joconostle*), almidón de maíz, poli alcohol vinílico, quitosán y glicerol, que mantenga la ventaja de la funcionalidad de los materiales que la componen a través de su caracterización de combustibilidad, flamabilidad, ángulo de contacto, color y espesor. La importancia de los análisis iniciales va a indicar la similitud con otros polímeros de origen de hidrocarburos, así como su capacidad de hidrofobicidad y su estructura interna.

2. Materiales y métodos

El mucílago se extrajo del nopal xoconostle (*Opuntia joconostle* F.A.C. Weber ex Diguét, cv Cuaresmeño) del Municipio de San Martín de Las Pirámides (paraje la Vega) ubicado al noreste del Estado de México entre las coordenadas de latitud 19° 37' 05'' mínima y 19° 46' 20'' máxima; longitud 98° 45' 40'' mínima y 98° 53' 27'' máxima con una altitud de 2,300 msnm [5], cosecha 2013. El almidón de maíz (grado alimenticio lote: L3TL006, 228/101/27.02.12). El poli alcohol vinílico (341584) y el quitosán (448877) con grado de desacetilación 75-85% fueron adquiridos en Sigma-Aldrich (St. Louis, MO, USA). El glicerol que se usó como plastificante fue adquirido en Hycel (911) de México S.A. de C.V. con una pureza del 98%.

2.1. Desarrollo de la película biopolimérica

2.2. Formulaciones

El almidón de maíz se usó como matriz dentro del desarrollo de la película y se disolvió en una solución de NaOH al 0.25N,

en agitación constante (450 rpm) a 70°C durante 1 min, diluyendo al momento de realizar la mezcla para evitar oscurecimiento. El poli alcohol vinílico se diluyó en agua destilada en agitación constante (450 rpm) a 80°C durante 5 min. El mucílago de nopal xoconostle extraído se obtuvo mediante la siguiente técnica: consiste en limpiar el cladodio, cortarlo y molerlo en un procesador de alimentos en una proporción de 7 partes de cladodio por 3 partes de agua, se mezcla y se lleva a refrigeración (4 °C) por 24 h, terminado este tiempo se separa con una tela de nylon el sobrenadante se centrifuga a 3000 rpm a 4 °C por 15 minutos, se adiciona etanol acidificado y se lleva a refrigeración (4 °C) por 24 horas, se vuelve a centrifugar en las mismas condiciones eliminando el sobrenadante, el mucílago obtenido se coloca extendido en una charola y se lleva a secado a 35 °C por 48 h, por último se muele y se coloca en frascos de vidrio con tapa hermética.

El pH del etanol fue ajustado de 5.3 a 3.5, usando ácido clorhídrico concentrado (63.5% grado analítico), el producto obtenido fue denominado como “mucílago extraído” (ME).

Ya obtenido el mucílago se disolvió en agua destilada en agitación constante (450 rpm) a 22°C ± 2° durante 24 h. El mucílago directo es el producto del nopal molido filtrado y centrifugado a 3000 rpm por 15 min a 4 °C, utilizando el sobrenadante que resultó de esta operación. El quitosán se disolvió en una solución de ácido acético al 0.1 M, en agitación constante (450 rpm) a 22°C ± 2° durante 24 h. El glicerol se agregó de forma directa en la formulación total.

2.3. Elaboración de la Película biopolimérica

La película biopolimérica fue obtenida por el método de fundición y evaporación de solvente [6, 7 y 8]. La mezcla de componentes con una integridad estructural contiene almidón 30%, mucílago 25%, glicerol 20%, quitosán 13% y poli alcohol vinílico 12% (en película seca en base seca, es decir cuando se eliminan por evaporación en su totalidad los líquidos empleados en la formulación). Se inició con la incorporación del almidón gelatinizado a 70°C en baño maría y agitación constante (450 rpm) posteriormente se incorporó el poli alcohol vinílico, el mucílago (variando entre el mucílago extraído y directo), el quitosán y glicerol, se agitaron por 5 min, aún caliente la mezcla se filtró utilizando tela de nylon para retirar las partículas mayores que se generaron en el proceso, posteriormente se utilizó un filtro de 1 μm . Se agitó a 22°C \pm 2°C durante 2 h y se dejó en reposo a 4°C durante 24 h, se llevó a cabo el vaciado en cajas Petri de vidrio de 9 cm de diámetro (Pyrex) utilizando 25, 35 y 50 ml de esta solución filmogénica, obteniéndose un total de 6 películas con la siguiente nomenclatura de estudio MD25, MD35 y MD50 para mucílago directo y ME25, ME35 y ME50 para mucílago extraído, estos volúmenes se tomaron como base para variar el espesor final de la película. Se colocaron en una cámara de secado (Barnstead Lab-line) a 35°C 48 h. Se removieron de las cajas Petri y se almacenaron en bolsas de polietileno para su posterior análisis.

2.4. Caracterización de la película

2.4.1. Combustibilidad y flamabilidad

El método consiste en colocar la muestra horizontalmente en contacto directo con la flama, si el material arde después de 15 segundos de aplicada la flama, se reporta como inflamable, si se encendiera la muestra pero al retirar la flama ésta se extingue sola, es auto extingible, en cambio sí continua ardiendo se mide la velocidad de

propagación de la flama y se anota el resultado durante 15 segundos. [9]. Este análisis indica la rapidez con que se propaga el fuego. Cuando existan plásticos en lugares públicos o en partes de automóviles se tendrán que usar aditivos que proporcionen la propiedad de retardación a la flama porque en estos casos se prefiere materiales de grado auto-extinguibles [10].

2.4.2. Color de la flama, alteración de la muestra y color de los humos

Se realizaron por el método especificado en la norma ASTM-D635 [9].

2.4.3. Olor de los vapores.

El método consiste en dejar disipar la mayor parte del humo, después de apagar la muestra (aproximadamente 30 segundos) evitando así que al olerla cause picazón o alguna otra incomodidad.

2.4.4. Resistencia a solventes.

Es el comportamiento del material plástico cuando es sometido a ácidos y bases, fuertes y débiles en formulas diluidas o a concentraciones elevadas. El método consistió en colocar en un tubo de ensayo una muestra de 0.5 cm x 0.5 cm con 15 ml de acetona y etanol por 24 h y ácido clorhídrico concentrado por el tiempo necesario hasta la pérdida de las propiedades del material [10].

2.5. Solubilidad en agua.

La solubilidad en agua de las películas se determinó según el método descrito por [11]. La solubilidad se define como el contenido de materia seca solubilizada después de 24 h de inmersión en agua desionizada. Se cortaron piezas de películas de 1 cm por 1 cm con un escalpelo, se secaron a 100°C \pm 2°C durante 24 h en un horno de laboratorio

y se pesaron para obtener el peso inicial de la película. Se colocaron 3 pedazos de películas de cada tratamiento (MD y ME) en un matraz Erlenmeyer de 100 ml de volumen y se adicionaron 50 ml de agua desionizada. Después de 24 h de inmersión y en agitación mecánica suave, se eliminó el residuo de agua y se secaron en un horno de laboratorio a $100\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ para alcanzar un peso constante este se logró a las 76 h., el cual señala el peso final de la muestra. La solubilidad en agua se calculó utilizando la siguiente Ec. (1):

$$WS (\%) = \frac{W_o - W_f}{W_o} \times 100 \quad (1)$$

En donde:

WS(%)= Porcentaje de solubilidad

W_o = Peso inicial constante de la muestra (g)

W_f = peso final de la muestra después de secada a 100°C (g)

2.6. Densidad

La densidad de las películas se calculó directamente a partir del peso y dimensiones de la película a través de la siguiente Ec. (2) [12]:

$$\rho_s = \frac{m}{A \times \delta} \quad (2)$$

En donde:

A= es el área de la película (1 cm x 1cm)

δ = es el espesor de la película (cm)

m= es la masa de la película seca (g)

ρ_s = densidad de la materia seca de la película (g/cm^3)

2.7. Ángulo de contacto

La medida de ángulo de contacto se realizó por el método de [13] el cual se midió con un micrómetro (CAM plus series Tantec Inc.) colocando una gota de 0.01 ml de agua destilada sobre ambas superficies de la película (denominando a la superficie en contacto con la caja Petri como lado liso y la

que estuvo expuesta al ambiente lado rugoso), el ángulo de contacto se forma entre una gota de agua y la superficie de la película (figura 1). Se realizó la cinética de las lecturas tomando como medida inicial 0 y cada 30 segundos hasta que se alcanza el equilibrio o la gota sea adsorbida por la muestra. El ángulo de contacto se informó como la relación del ángulo de contacto en el momento actual a un ángulo máximo adimensional.

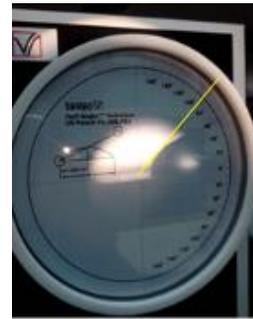


Figura 1. Toma de lectura del ángulo de contacto entre la gota muestra y el biopolímero.

2.8. Microscopia Electrónica de Barrido

La microestructura interna de las películas fue observada con un Microscopio Electrónico de Barrido Ambiental (Philips ESEM XL 30 a un voltaje de aceleración de 5 kV), Para lo cual fue necesario fracturar las muestras después de haber sido congeladas con nitrógeno líquido y recubiertas con oro por 40 segundos. Se capturaron las imágenes en escala de grises a 500, 1500 y 3000x.

2.9. Color

Con el fin de investigar el efecto del color en relación al espesor de las películas, se realizó el análisis mediante un colorímetro Minolta CR400 (Konica Minolta Co., Osaka, Japón). Las lecturas se realizaron en cinco puntos distintos de la película tanto del lado liso

como del rugoso. Se utilizó la escala CIELAB con el iluminante D65, ajustado a los valores del estándar ($Y=93.7$, $x=0.3159$, $y=0.3324$) para la determinación del color las muestras fueron colocadas en el mosaico Minolta CR400, obteniendo los valores de L^* , a^* y b^* mediante las ecuaciones 3-8, se calculó el ángulo de tono, croma y saturación. [1].

$$\Delta E = \sqrt{(L_2^* - L_1^*)^2 + (a_2^* - a_1^*)^2 + (b_2^* - b_1^*)^2}$$

(Ec. 3)

$$YI = 142.86 b^*/L^*$$

(Ec. 4)

$$WI = 100 - \sqrt{(100 - L^*)^2 + a^{*2} + b^{*2}}$$

(Ec. 5)

$$h^* = \arctg\left(\frac{b^*}{a^*}\right) \quad C^* = \sqrt{a^{*2} + b^{*2}} \quad S^* = \left(\frac{C^*}{L^*}\right)$$

(Ec. 6, 7 y 8)

Dónde:

L^*	Claridad
a^*	Canal Rojo-verde
b^*	Canal amarillo-azul
h^*	Tono
C^*	Croma
S^*	Saturación
YI	Índice de amarillo, adimensional
WI	Índice de blanco, adimensional

Se realizó un análisis estadístico ANOVA simple para encontrar diferencia significativa entre tratamientos mediante el software Statgraphics centurión XVII

3. Resultados

3.1 Propiedades de la película

Se realizaron estudios preliminares para determinar la concentración de los materiales que componen la película, efectuándose una selección cualitativa de las características físicas (desprendimiento, transparencia, facilidad de manejo, color final, entre otros). Se inició con el almidón por ser la matriz de

la película; las concentraciones se fueron modificando de tal modo que la concentración definitiva de almidón gelatinizado fue de 30% (w/w película seca sobre peso seco), debido a que concentraciones mayores de almidón, no se mezclaban de manera adecuada los componentes y a concentraciones menores de almidón las películas quedaban susceptibles a la ruptura [14]; sin embargo, han [8] trabajado con un porcentaje del 10% en película seca, porque el propósito de dicha investigación fue evaluar la contribución del efecto de la temperatura y el contenido del plastificante en relación con el espesor de la película y no la concentración del almidón. En cuanto al mucílago las concentraciones mayores al 30% w/w (película seca sobre peso seco) produjeron un color amarillo con baja claridad no fueron transparentes por ello a través del diseño empleado se seleccionó la concentración más adecuada sin que perdiera las características buscadas quedando el almidón al 25% en formulación final [15]. Por su parte, el quitosán proporcionó a la mezcla alto grado de viscosidad y presentó problemas de floculación a concentraciones mayores del 13% en la película terminada, [16]. El porcentaje de poli alcohol vinílico (12%) se obtuvo a través de un diseño trifactorial para garantizar que se cumpliera con la protección de barrera [17]. El glicerol a concentraciones menores del 20% proporcionó a las películas mayor susceptibilidad al rompimiento y fragilidad a mayor concentración de plastificante, arriba del 30% [11] las películas tienden a ser flexibles pero pegajosas, sobre la superficie de la película se observaba pequeñas gotas de glicerol, este comportamiento puede deberse al resultado de la separación de fases y la difusión de glicerol a la superficie de la película, en la figura 2 se puede observar las 6 películas obtenidas de ambos tipos de mucílago (ME y MD) a mayor volumen de

solución filmogénica la claridad es más baja y a menor volumen y espesor mayor es la claridad y transparencia [18].

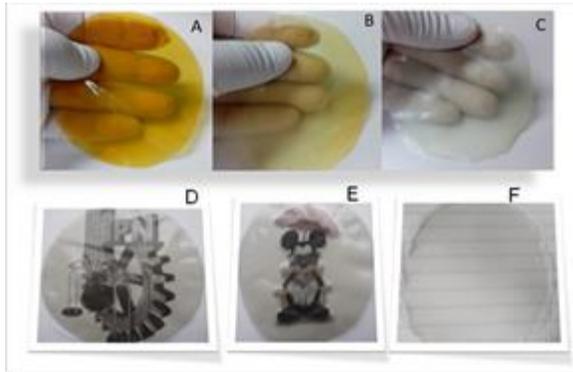


Figura 2. Películas biopoliméricas obtenidas de mucílago de nopal en diferentes volúmenes de vaciado en caja: MD A) 50 ml, B) 35 ml, C) 25 ml. y ME D) 50 ml, E) 35ml y F) 25 ml.

3.2. Caracterización e identificación de la película biopolimérica

En la Tabla 1, se muestra las características de la película biopolimérica y en comparativa, a un material plástico de origen de hidrocarburos se puede mencionar que los plásticos que generan humos blancos presentan una estructura de ligaduras simples sin presencia de compuestos aromáticos [10]. Se trata de humos ligeros sin partículas visibles en suspensión, debido a que el carbono en las plantas es derivado del CO₂ en la atmósfera, la degradación o la incineración de compuestos orgánicos (almidón y mucílago matriz de la película) es el resultado de que no existe ninguna ganancia neta de CO₂. Esta combinación hace que sea atractivo para la fabricación de plásticos basados en almidón y componentes orgánicos [14]. Cuando se carbonizan sin mostrar ningún ablandamiento previo pueden ser comparables al poliéster insaturado; teniendo en cuenta esta similitud, lo anterior indica que tiene propiedades

mecánicas deseables así mismo, presenta una mala propiedad de barrera para el agua, por lo cual se empleó dentro de la formulación el poli alcohol vinílico para mejorar esta característica [19].

Tabla 1. Características físicas iniciales de la película biopolimérica con mucílago de nopal.

Identificación inicial de la película biopolimérica formulada con mucílago de nopal	
Característica	Observaciones
pH de solución filmogénica	6.57 ± 0.002
Combustibilidad	Difícil de incendiar, después de 8 segundos inicia la flama
Duración de la flama	Autoextingue
Color de la flama	Amarilla-rojiza
Alteración de la muestra	Carboniza al final de la combustión
Color de los humos	Blancos y limpios
Olor de los vapores	Nopal y carbón
Bio-plástico	Flexible, traslucido y termofijo.
Resistencia	Acetona: no se deshace Alcohol etílico: no se deshace Ácido clorhídrico: se deshace a las 2 h.

Los procesos para plásticos termoestables (termofijos) la diferencia que tienen con los termoplásticos es que los plásticos termoestables son procesados primeramente desde que son parcialmente polimerizados, de allí son activados por medio de calor obteniendo las piezas deseadas mediante el uso de presión y manteniendo la temperatura de *curado* hasta que la polimerización haga que la pieza se endurezca lo suficiente como para mantener su forma [20], la desventaja de este material es que no es termo sellable [19].

La densidad de las películas está resumida en la Tabla 2, las medidas oscilaron entre 0.93 g/cm³ correspondiente al tratamiento de ME25 la de menor densidad y la de mayor

densidad de todos los tratamientos fue MD50 con 1.77 g/cm^3 . La densidad que presentaron las películas en estudio son similares a las reportadas por [1], entre 1.23 y 1.31 g/cm^3 para una película hecha a partir de la goma de semillas de albahaca (*Ocimum basilicum*) y por [12] en donde indicaron que la densidad fue entre 1.46 - 1.51 g/cm^3 , en una película biodegradable hecha a base de proteínas de girasol. Además de que es similar a las reportadas para el biopolímero PLA (material suficientemente estudiado) de 1.34 g/cm^3 . La densidad puede ser un importante parámetro en el diseño de productos, por ejemplo; piezas de automóviles que son ligeros implicando la reducción en el consumo de energía para su fabricación. La manufactura de este tipo de materiales se vuelve más fácil y menos peligrosa cuando es más ligera. La densidad se utiliza a menudo para el cálculo de propiedades específicas con la conjunción de las propiedades mecánicas dan una idea de la fuerza intrínseca del material que se quiere construir [21]. Densidades mayores a 1.2 g/cm^3 como es el caso de la película en estudio se considera alta, aquí encontramos al PVC rígido, poliacetales y PBT (polibutilen tereftalato) [10].

La solubilidad es una propiedad importante para películas dependiendo el uso final que se le dará al bioplástico, por ejemplo para películas con potencial aplicación a alimentos requiere de buena insolubilidad en agua para mejorar la integridad del producto y resistencia al agua [22]. Pero para algunas aplicaciones como el envasado de envolturas, la alta solubilidad es un indicador de la biodegradabilidad, [23] o como un portador de compuestos bioactivos [24] esto podría ser una ventaja para materiales empleados para este fin. La seis películas de ambos tratamientos (MD y ME) presentaron una solubilidad intermedia entre 44 y 52%, similar a las encontradas por [25] en una

película elaborada de la goma de las semillas de *Lepidium perfoliatum* reportando una solubilidad entre el 38 y 58%. Pero fueron más bajas por las reportadas por [24] en una película biopolimérica de algas rojas indicando un porcentaje de solubilidad superior al 80%, esto se puede deber a que presentó una baja resistencia al agua. La solubilidad está íntimamente relacionada con el plastificante ya que este puede reducir la reticulación entre las moléculas del biopolímero y por lo tanto aumentar la solubilidad de la película [18]. Los plastificantes como el Glicerol son higroscópicos, lo que puede explicar por qué las películas tienen una mediana solubilidad en agua [26].

En relación al espesor, la disminución en la película se correlaciona directamente con el total de polisacáridos contenidos y la suma de componentes presentes en las dispersiones de formación de películas [24]. Cabe destacar que a pesar del uso de la masa filmogénica con una similitud de sólidos totales, con la variante de mucílago (ME y MD) y condiciones de secado iguales para la preparación de todas las películas tienen un proceso ascendente de espesor dependiendo del volumen empleado en su preparación, estos resultados indican un mayor grado de compactación en la matriz de la película.

Tabla 2. Solubilidad al agua, densidad y espesor de las películas formuladas con mucílago de nopal xocconostle.

Muestra	Solubilidad (%)	Densidad g/cm^3	Espesor (μm)
MD25	52.58 ± 0.24	1.00 ± 0.05	0.176 ± 0.06
MD35	49.83 ± 0.11	1.27 ± 0.08	0.242 ± 0.02
MD50	51.09 ± 0.05	1.77 ± 0.02	0.390 ± 0.03
ME25	44.56 ± 0.26	0.93 ± 0.01	0.176 ± 0.09
ME35	46.03 ± 0.01	1.49 ± 0.04	0.253 ± 0.01
ME50	49.12 ± 0.12	1.37 ± 0.01	0.368 ± 0.03

3.3. Medición del ángulo de contacto

La caracterización de la tensión superficial a través del ángulo de contacto determina el carácter hidrofóbico de una película [1]. Todas las superficies de las películas son heterogéneas aumentando esta condición por el lado rugoso de la película en estudio, en las figuras 3 y 4, se muestran las cinéticas realizadas del ángulo de contacto para las seis películas de MD y ME. En donde se aprecia que la gota de prueba se extendió sobre la superficie de las películas a menores volúmenes y espesores (25 ml, 0.176 μm promedio de espesor) presentando características hidrofílicas en los dos tratamientos (MD y ME) cuatro minutos después de colocada la gota se exhibió una cualidad de porosidad esto mismo le ocurrió a la película de ME a 35 ml de volumen y 0.253 μm de espesor de lado rugoso. En las otras películas la gota de prueba formó una pequeña esfera disminuyendo la proporción de superficie de los parámetros ya mencionados (volumen y espesor), la cual se deslizó fácilmente sobre la superficie polimérica. La película con mejor característica de los dos tratamientos fue la de mucílago extraído de 50 ml y 0.368 μm de espesor.

Las cinéticas de ángulo de contacto que se realizaron para ambos tratamiento (MD y ME) indicaron que hay una disminución significativa del ángulo de contacto medio dentro de los cuatro primeros minutos. Esto puede deberse al aumento de la humectabilidad así como a la característica de las superficies que son rugosas [27]. [28] realizaron un estudio sobre diferentes superficies poliméricas en donde encontraron que las superficies heterogéneas, el ángulo de contacto tenían una condición hidrofóbica, así mismo el ángulo de contacto puede aumentar por la retención del líquido por el sólido. Una posible explicación es que

las fronteras entre los dominios suaves y la superficie principal tienden a retener líquido con mayor fuerza que una superficie homogénea.

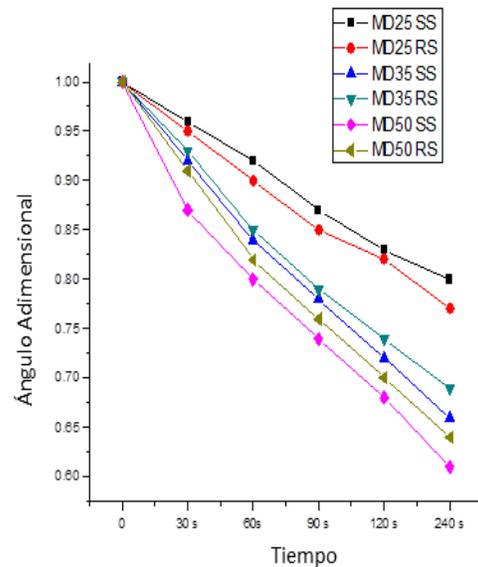


Figura 3. Ángulo de contacto adimensional en películas de mucílago directo.

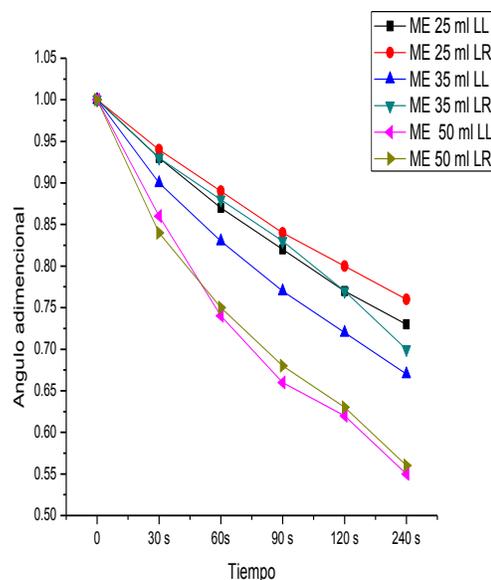


Figura 4. Ángulo de contacto en películas de mucílago extraído.

3.4. Análisis de Microscopia Electrónica de Barrido

Como se observa (Figura 5), la sección transversal de la película biopolimérica de ME (a) es más áspera que la sección transversal obtenida con MD (b), esto podría deberse al contenido de mucílago que contiene cada película ya que la obtenida con ME contiene más mucílago que la película MD (9.5% vs. 2.5%) [24]. Otra diferencia importante entre los dos tratamientos fue que en la película biopolimérica obtenida con MD aparecieron separaciones de microfases, que se pueden observar en ambas secciones transversales y superficies (Figura 5 y 5 (b)); ni la agregación, ni la separación de microfases fueron observadas en la película ME (Figura 5). Esto indica que la dispersión de los componentes en la película ME es más homogénea y mejor que en la película MD, lo que aumenta las posibilidades de interacciones de los componentes, la formación de enlaces más fuertes y la adhesión en las interfaces entre los componentes de la película biopolimérica, aunque, a alta temperatura (alrededor de 70 °C), el agua y la glicerina son conocidos por romper físicamente los gránulos de almidón y perturbar los enlaces de hidrógeno intramoleculares, del mismo modo, la presencia de microfases en la película MD podría deberse a la presencia de microfibras solubles e insolubles, sales mono y divalentes, ácidos orgánicos, entre otros. Una mejor integración de los componentes y por lo tanto la ausencia de una microfase podrían resultar en películas con mejores propiedades mecánicas.

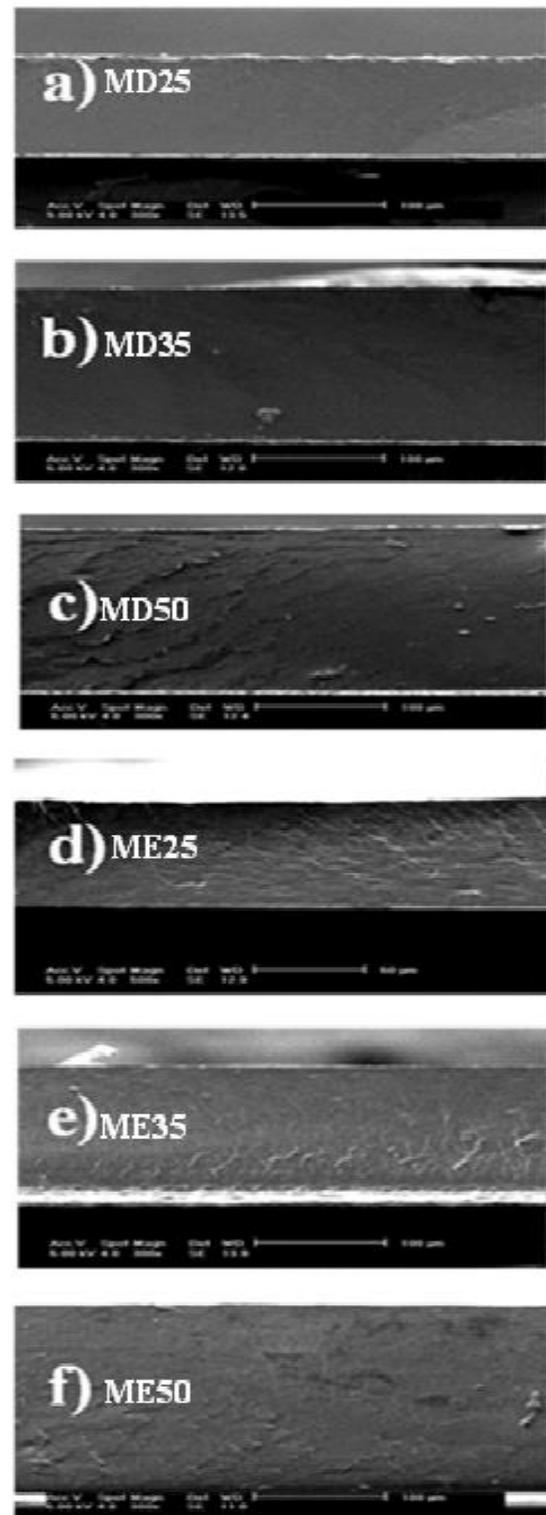


Figura 5. Microfotografía tomada por SEM de películas biopoliméricas elaboradas con mucílago directo (MD) y extraído (ME) a diferentes volúmenes de vaciado (25, 35 y 50 ml), sección transversal (a, b, c, d y f).

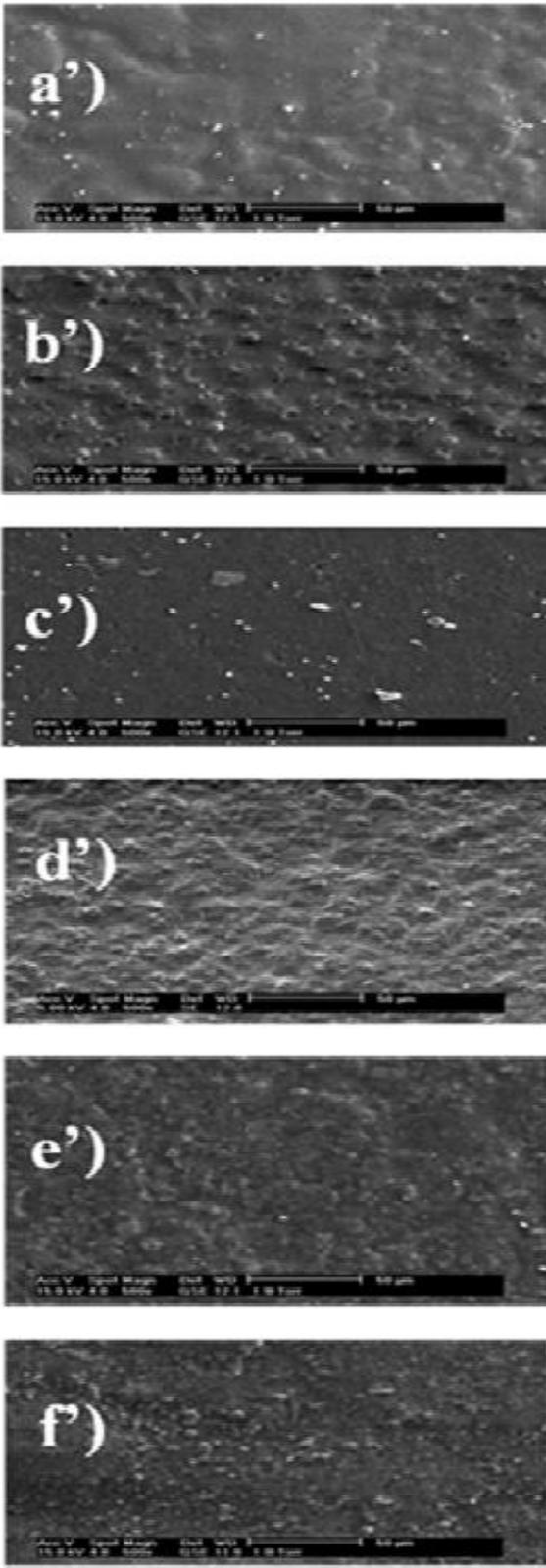


Figura 5 (b). Superficie (a', b', c', d', e', y f').

3.5. Análisis de Color

El color de las películas biopoliméricas es un factor importante en términos de aspecto general en la aceptación del consumidor [19]. Los resultados de las mediciones realizadas a las películas biopoliméricas el color fue expresado en conformidad con el sistema CIELAB y las coordenadas (L^* , a^* y b^*) calculándose el ángulo de tono, croma y saturación. Los valores obtenidos (L^*) indican una claridad entre 80 y 93, teniendo como valor de testigo 97, es decir se obtuvo una alta claridad no existiendo diferencia significativa en ambos tratamientos.

La variable a^* , muestran que tres de las películas biopoliméricas (MD25, ME25 y ME35) presentaron un color amarillo con tendencia verde, por el valor negativo, en ambas caras de las películas. Así mismo indicaron una tonalidad (h^*) con menor saturación, ya que el valor de h^* se encontró entre 91 a 96. Los tratamientos MD35, MD50 y ME50 mostraron una coloración amarilla, demostrado por los valores obtenidos de a^* y b^* que fueron positivos, es decir que a mayor espesor, la coloración, luminosidad y croma aumentaron, esto puede deberse a que el mucílago como componente individual presenta coloración amarilla [1].

Estos valores son similares a los reportados por [29] en una película comestible elaborada de mucílago de nopal en donde las variables en estudio fueron: la concentración de calcio y variaciones de pH y observaron que ambos factores no afectaron la claridad, y obtuvieron valores de L^* de 93, el espesor manejado con espesores similares a los obtenidos en este trabajo, mientras que en las películas más delgadas de ME y MD (171- 176 μm respectivamente), el color obtenido por estos autores fue similar (verde-amarillo), con un ángulo h^* entre 96-99.

El índice de blancura (WI), medida de amplio uso en la industria textil, papel, medicamentos, plásticos, cerámica y de alimentos, en cuyo uso la superficie blanca ideal debe tener un índice de blancura (WI) igual a 100 [29]. En el caso de las películas biopoliméricas obtenidas el WI fue mayor para las películas de menor espesor (MD25 y ME25) de ambos lados (liso y rugoso) con valores entre 72-80. En las películas de 35 y 50 de ambos tratamientos, este valor disminuyó conforme aumentaba el espesor.

4. Conclusiones

Se desarrollaron dos tipos de películas biopoliméricas, con diferente mucílago: a) obtenido de forma directa (MD) y b) obtenido por extracción (ME) con tres volúmenes de vaciado que dio origen a tres diferentes espesores por cada tratamiento. La caracterización física, de combustibilidad y flamabilidad, muestran que el tipo de mucílago empleado (ME o MD) no existió diferencia significativa entre películas.

La viabilidad de utilizar el mucílago directo MD en relación con el mucílago extraído ME da como valor agregado evitar el uso de grandes cantidades de disolvente para la extracción del mucílago.

Se obtuvo un material de alta densidad resistente a los dos solventes de prueba y películas homogéneas en su espesor.

La nueva película biopolimérica presenta características viables para ser empleadas como blíster en medicamentos (fotosensibles a la luz) con protección UV ya que la película biopolimérica da un color verde-amarillo, en la industria alimentaria (en termoformado) y posiblemente si se aumentara su densidad con algún aditivo puede ser empleada en autopartes de la industria automotriz ya que el material es

auto-extinguible.

La obtención de una película biodegradable permitirá obtener plásticos amigables con el medio ambiente, además de ser una alternativa tecnológicamente viable para el aprovechamiento de productos autóctonos de bajo uso y valor comercial, lo que permitirá disminuir costo de manufactura de productos con un mayor valor agregado.

5. Referencias

- 1.- Khazaei, N., Esmaili, M., Djomeh, Z. E., Ghasemlou, M., & Jouki, M. (2014). "Characterization of new biodegradable edible film made from basil seed (*Ocimum basilicum* L.) gum". *Carbohydrate Polymers*, 102(0), 199-206.
- 2.- Janjarasskul T., Rauch D.J., McCarthy K.L., Krochta J. M., (2014). "Barrier and tensile properties of whey protein-candelilla wax film/sheet". *LW-Food Science and Technology*. 56(2), 377-382.
- 3.- SIAP-SAGARPA 2006 Servicio de "Información Agroalimentaria y Pesquera. Anuario Agrícola". México. www.sagarpa.gob.mx (consultado noviembre-diciembre 2015).
- 4.- Sáenz, C., Sepúlveda, E., & Matsuhiro, B. (2004). "Opuntia spp mucilage's: a functional component with industrial perspectives". *Journal of Arid Environments*, 57(3), 275-290.
- 5.- www.sanmartindelaspiramides.gob.mx
- 6.- Tripathi, S., Mehrotra, G. K., & Dutta, P. K. (2010). "Preparation and physicochemical evaluation of chitosan/poly(vinyl alcohol)/pectin ternary film for food-packaging applications". *Carbohydrate Polymers*, 79(3), 711-716.
- 7.- Pinotti, A., García, M. A., Martino, M. N., & Zariwsky, N. E. (2007). "Study on microstructure and physical properties of composite films based on chitosan and methylcellulose". *Food Hydrocolloids*, 21(1), 66-72.

- 8.- Bertuzzi, M. A., Castro Vidaurre, E. F., Armada, M., & Gottifredi, J. C. (2007). "Water vapor permeability of edible starch based films". *Journal of Food Engineering*, 80(3), 972-978.
9. - ASTM D635. "Standard Test Method for Rate of Burning and/or Extent and Time of Burning of plastics in a horizontal position"
- 10.- *Manual para la identificación de plásticos (1989)*. Cámara de la Industria del plástico. México. 1-200
- 11.- Jouki, M., Yazdi, F. T., Mortazavi, S. A., & Koocheki, A. (2014). "Quince seed mucilage films incorporated with oregano essential oil: Physical, thermal, barrier, antioxidant and antibacterial properties". *Food Hydrocolloids*, 36(0), 9-19.
- 12.- Salgado, P. R., Molina Ortiz, S. E., Petruccelli, S., & Mauri, A. N. (2010). "Biodegradable sunflower protein films naturally activated with antioxidant compounds". *Food Hydrocolloids*, 24(5), 525-533.
- 13.- Erbil, H. Y. (2014). "The debate on the dependence of apparent contact angles on drop contact area or three-phase contact line: A review". *Surface Science Reports*, 69(4), 325-365.
- 14.- Laycock, B. G., & Halley, P. J. (2014). Chapter 14 – "Starch Applications: State of Market and New Trends". In P. J. H. Avérous (Ed.), *Starch Polymers*, pp. 381-419. Amsterdam: Elsevier.
- 15.- Del-Valle, V., Hernández-Muñoz, P., Guarda, A., & Galotto, M. J. (2005). "Development of a cactus-mucilage edible coating (*Opuntia ficus indica*) and its application to extend strawberry (*Fragaria ananassa*) shelf-life". *Food Chemistry*, 91(4), 751-756.
- 16.- Martínez-Camacho, A. P., Cortez-Rocha, M. O., Ezquerro-Brauer, J. M., Graciano-Verdugo, A. Z., Rodríguez-Félix, F., Castillo-Ortega, M. M., Yépez-Gómez, M. S., & Plascencia-Jatomea, M. (2010). "Chitosan composite films: Thermal, structural, mechanical and antifungal properties". *Carbohydrate Polymers*, 82(2), 305-315.
- 17.- El-Sayed, S., Mahmoud, K. H., Fatah, A. A., & Hassen, A. (2011). "DSC, TGA and dielectric properties of carboxymethyl cellulose/polyvinyl alcohol blends". *Physica B: Condensed Matter*, 406(21), 4068-4076.
- 18.- Ghasemlou, M., Khodaiyan, F., Oromiehie, A., & Yarmand, M. S. (2011). "Development and characterisation of a new biodegradable edible film made from kefir, an exopolysaccharide obtained from kefir grains". *Food Chemistry*, 127(4), 1496-1502.
- 19.- Tharanathan, R. N. (2003). "Biodegradable films and composite coatings: past, present and future". *Trends in Food Science & Technology*, 14(3), 71-78.
20. www.desarrollatuproducto.com/directorio/proveedores/procesos.html?catid=31
- 21.- Van de Velde, K., & Kiekens, P. (2002). "Biopolymers: overview of several properties and consequences on their applications". *Polymer Testing*, 21(4), 433-442.
- 22.- Stuchell, Y. M., & Krochta, J. M. (1994). "Enzymatic Treatments and Thermal Effects on Edible Soy Protein Films". *Journal of Food Science*, 59(6), 1332-1337.
- 23.- Arvanitoyannis, I. S., Nakayama, A., & Aiba, S.-i. (1998). "Chitosan and gelatin based edible films: state diagrams, mechanical and permeation properties". *Carbohydrate Polymers*, 37(4), 371-382.
- 24.- Cian, R. E., Salgado, P. R., Drago, S. R., González, R. J., & Mauri, A. N. (2014). "Development of naturally activated edible films with antioxidant properties prepared from red seaweed *Porphyra columbina* biopolymers". *Food Chemistry*, 146(0), 6-14.
- 25.- Seyedi, S., Koocheki, A., Mohebbi, M., & Zahedi, Y. (2014). "Lepidium perfoliatum seed

gum: A new source of carbohydrate to make a biodegradable film”. *Carbohydrate Polymers*, 101(0), 349-358.

26.- Tong, Q., Xiao, Q., & Lim, L.-T. (2013). “Effects of glycerol, sorbitol, xylitol and fructose plasticisers on mechanical and moisture barrier properties of pullulan–alginate–carboxymethylcellulose blend films”. *International Journal of Food Science & Technology*, 48(4), 870-878.

27.- Schusser, S., Menzel, S., Bäcker, M., Leinhos, M., Poghossian, A., Wagner, P., & Schöning, M. J. (2013). “Degradation of thin poly(lactic acid) films: Characterization by capacitance–voltage, atomic force microscopy, scanning electron microscopy and contact-angle measurements”. *Electrochimica Acta*, 113(0), 779-784.

28.- Grundke, K., Pöschel, K., Synytska, A., Frenzel, R., Drechsler, A., Nitschke, M., Cordeiro, A. L., Uhlmann, P., & Welzel, P. B. (2015). “Experimental studies of contact angle hysteresis phenomena on polymer surfaces — Toward the understanding and control of wettability for different applications”. *Advances in Colloid and Interface Science*. 222(0), 350-376.

29.- Espino-Díaz, M., De Jesús Ornelas-Paz, J., Martínez-Téllez, M. A., Santillán, C., Barbosa-Cánovas, G. V., Zamudio-Flores, P. B., & Olivas, G. I. (2010). Development and Characterization of Edible Films Based on Mucilage of *Opuntia ficus-indica* (L.). *Journal of Food Science*, 75(6), E347-E352.