



**PRESENTACIÓN INFORME  
FINAL DE TRABAJO DE  
GRADO**

VICERRECTORIA ACADÉMICA

FO-IP-007

**DESARROLLO Y CARACTERIZACIÓN DE PELÍCULAS COMESTIBLES A  
PARTIR DE ALMIDÓN NATIVO Y OXIDADO DE BATATA CON CARBONATO DE  
CALCIO COMO MATERIAL DE RELLENO**

**JAIDER LUIS RAMOS MONTES**

**LUIS FERNANDO RIVERO PINEDA**

**DIRECTOR DE LA INVESTIGACIÓN  
DRA. CARMEN ELENA PÉREZ CERVERA**

**UNIVERSIDAD PONTIFICIA BOLIVARIANA  
ESCUELA DE INGENIERÍAS & ARQUITECTURA  
FACULTAD DE INGENIERÍA AGROINDUSTRIAL  
MONTERÍA – CÓRDOBA  
2023**

**DESARROLLO Y CARACTERIZACIÓN DE PELÍCULAS COMESTIBLES A  
PARTIR DE ALMIDÓN NATIVO Y OXIDADO DE BATATA CON CARBONATO DE  
CALCIO COMO MATERIAL DE RELLENO**

**JAIDER LUIS RAMOS MONTES**

**LUIS FERNANDO RIVERO PINEDA**

**TRABAJO DE GRADO PARA OPTAR AL TÍTULO DE INGENIERO AGROINDUSTRIAL**

**DIRECTOR DE LA INVESTIGACIÓN  
DRA. CARMEN ELENA PÉREZ CERVERA**

**UNIVERSIDAD PONTIFICIA BOLIVARIANA  
ESCUELA DE INGENIERÍAS & ARQUITECTURA  
FACULTAD DE INGENIERÍA AGROINDUSTRIAL  
MONTERÍA – CÓRDOBA  
2023**

**A. INFORMACION GENERAL**

Título del trabajo de grado	Desarrollo y caracterización de películas comestibles a partir de almidón nativo y oxidado de batata con carbonato de calcio como material de relleno
Estudiantes de Trabajo de Grado	Jaider Luis Ramos Montes Luis Fernando Rivero Pineda
Directore(s):	Ing. Carmen Elena Pérez Cervera
Unidad académica	Ingeniería Agroindustrial
Empresa donde realizó el trabajo	Universidad Pontificia Bolivariana – Seccional Montería
Fecha de inicio	Marzo de 2022
Fecha de finalización	Octubre de 2023
Costo total del proyecto (incluyendo descargas – pago de personal -).	<b>\$20.119.100</b>
Montos de contrapartida (Entidad o dependencia que cofinanció).	
Línea de trabajo o área del conocimiento en la cual se inscribió el trabajo	Desarrollo y Caracterización de Nuevos Materiales

## ÍNDICE

A. INFORMACION GENERAL.....	3
<b>RESUMEN</b>	<b>8</b>
<b>ABSTRACT</b>	<b>9</b>
<b>INTRODUCCIÓN</b>	<b>10</b>
<b>1. MARCO TEÓRICO/ESTADO DEL ARTE</b>	<b>12</b>
1.1. Almidón.....	13
1.2. Batata.....	14
1.3. Modificación del almidón.....	15
1.4. Plastificantes y materiales de relleno.....	17
1.5. Propiedades físicas.....	19
1.6. Propiedades térmicas.....	19
1.7. Propiedades mecánicas.....	20
<b>2. METODOLOGÍA</b>	<b>22</b>
2.1. Extracción del almidón.....	22
2.2. Oxidación del almidón de batata.....	23
2.4. Caracterización de las películas.....	25
2.5. Propiedades mecánicas de la película.....	25
2.5.1. Determinación del color.....	25
2.5.2. Solubilidad en agua.....	26
2.5.3. Estabilidad en soluciones ácidas.....	26
2.6. Análisis estadístico.....	27
<b>3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN</b>	<b>27</b>
3.1. Parámetro de color L*.....	34
3.2. Parámetro de color a*.....	35
3.3. Parámetro de color b*.....	37

<b>3.4. Solubilidad en agua .....</b>	<b>38</b>
<b>3.5. Solubilidad en solución ácida .....</b>	<b>40</b>
<b>CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.</b>	<b>43</b>
<b>BIBLIOGRAFIA</b>	<b>44</b>
<b>ANEXOS</b>	<b>51</b>

## **LISTA DE FIGURAS**

Figura 1 Adecuación de la materia prima.....	22
Figura 2 Montaje del proceso de oxidación de almidón nativo.....	23
Figura 3 A) Solución filmógena de almidón oxidado b) solución filmógena de almidón nativo y c) película de almidón oxidado.....	24
Figura 4 diagrama de Pareto Estandarizada para Módulo de Young.....	28
Figura 5 Diagrama de Pareto Estandarizada para Tensión a la fractura.....	28
Figura 6 Superficie de respuesta estimada de los factores concentración de almidón y tipo de almidón sobre la tensión.....	30
Figura 7 Superficie de respuesta estimada de los factores concentración de almidón y concentración de CaCO <sub>3</sub> sobre el módulo de Young.....	31
Figura 8 Superficie de respuesta estimada de los factores concentración de almidón y tipo de almidón sobre el módulo de Young.....	31
Figura 9 Diagrama de Pareto estandarizado para el porcentaje de elongación.....	33
Figura 10 Superficie de respuesta estimada de los factores concentración de almidón y tipo de almidón sobre el porcentaje de elongación.....	33
Figura 11 Superficie de respuesta estimada de los factores concentración de almidón y concentración de CaCO <sub>3</sub> sobre el porcentaje de elongación.....	34
Figura 12 Diagrama de Pareto estandarizado para la coordenada de color L*.....	34
Figura 13. Superficie de respuesta estimada de los factores concentración de almidón y concentración de CaCO <sub>3</sub> sobre la coordenada de color L*.....	35
Figura 14. Diagrama de Pareto Estandarizada para la coordenada de color a*.....	36
Figura 15. Superficie de respuesta estimada de los factores concentración de almidón y tipo de almidón sobre la coordenada de color a*.....	36
Figura 16. Diagrama de Pareto Estandarizada para la coordenada de color b*.....	37
Figura 17. Superficie de respuesta estimada de los factores concentración de almidón y concentración de CaCO <sub>3</sub> sobre la coordenada de color b*.....	38
Figura 18. Ensayo de solubilidad en H <sub>2</sub> O.....	38
Figura 19. Diagrama de Pareto Estandarizada para la solubilidad en H <sub>2</sub> O.....	39
Figura 20 Superficie de respuesta estimada de los factores concentración de almidón y tipo de almidón sobre la solubilidad en H <sub>2</sub> O.....	39

Figura 21 Muestras de películas en el ensayo de solubilidad en ácido.....41

Figura 22. Diagrama de Pareto estandarizada para solubilidad en HCl.....41

Figura 23. Superficie de respuesta estimada concentración de almidón = 4,0.....42

## **RESUMEN**

Teniendo en cuenta la grave contaminación ambiental causada por los envases plásticos, existe un considerable interés en el desarrollo de películas biodegradables obtenidas a partir de polímeros naturales, destacándose el uso de almidón. Sin embargo, las propiedades funcionales de las películas obtenidas a partir del almidón presentan problemas para aplicaciones tecnológicas por su alta permeabilidad al vapor de agua y la baja resistencia mecánica. Estudios han demostrado que estas propiedades pueden mejorarse con la adición de plastificante, materiales de relleno o la modificación de la estructura química del almidón. En el presente trabajo, se utilizó un diseño experimental factorial  $2 \times 2 \times 2$  completamente al azar, correspondiente al tipo de almidón (nativo y oxidado), concentración de almidón (3 y 5 g de almidón/100 g de suspensión) y concentración de  $\text{CaCO}_3$  (0.1 y 0.3 % p/p) para investigar los efectos individuales e interactivos de estos factores sobre las propiedades mecánicas y físicas de películas comestibles a base de almidón de batata. Los resultados arrojaron que dentro de las propiedades mecánicas, la tensión a la fractura y el módulo de Young registraron comportamientos similares siendo influenciados directamente por la concentración y tipo de almidón y las interacciones del almidón con el  $\text{CaCO}_3$ . Para el color, se encontró que los niveles altos de concentración de  $\text{CaCO}_3$  y almidón conducen a películas más opacas. Por otro lado, todas las películas presentaron baja solubilidad en agua y en soluciones ácidas para periodos de 7 y 15 días, respectivamente. Finalmente, las características de las películas obtenidas sugieren que serían buenos materiales de envase o recubrimiento.



**Palabras clave:** Películas, almidón de batata, carbonato de calcio, propiedades mecánicas, propiedades físicas

### **ABSTRACT**

Considering the serious environmental pollution caused by plastic packaging, there is considerable interest in the development of biodegradable films obtained from natural polymers, especially starch. However, the functional properties of films obtained from starch present problems for technological applications due to their high water vapor permeability and low mechanical strength. Studies have shown that these properties can be improved with the addition of plasticizers, fillers or modification of the chemical structure of starch. In the present work, a completely randomized  $2 \times 2 \times 2$  factorial experimental design, corresponding to starch type (native and oxidized), starch concentration (3 and 5 g starch/100 g suspension) and  $\text{CaCO}_3$  concentration (0.1 and 0.3 % w/w) was used to investigate the individual and interactive effects of these factors on the mechanical and physical properties of sweet potato starch-based edible films. The results showed that within the mechanical properties, the fracture toughness and Young's modulus recorded similar behaviors being directly influenced by the concentration and type of starch and the interactions of starch with  $\text{CaCO}_3$ . For color, it was found that higher levels of  $\text{CaCO}_3$  and starch concentration lead to more opaque films. On the other hand, all films presented low solubility in water and in acid solutions for periods of 7 and 15 days, respectively. Finally, the characteristics of the films obtained suggest that they would make good packaging or coating materials.

**Keywords:** Films, Sweet potato starch, calcium carbonate, mechanical properties, physical properties

## **INTRODUCCIÓN**

En los últimos tiempos, un gran número de investigaciones se han venido centrando en la elaboración de materiales a partir de biopolímeros, teniendo en cuenta los efectos dañinos que ocasiona el plástico al medio ambiente debido al largo tiempo que tarda en degradarse, especialmente el plástico de un solo uso. En muchas zonas del planeta se han encontrado gran acumulación de este tipo de plástico, (Fang et al, 2005; Jiménez et al, 2012).

Algunas de las investigaciones han desarrollado películas comestibles para su aplicación como material de un solo uso, donde se destaca la aplicación del almidón como polímero debido a su bajo costo, abundancia, renovabilidad y biodegradabilidad. Diferentes fuentes de almidón han sido estudiadas, especialmente el almidón de yuca, papa, maíz, plátano, batata, entre otras. (Famá et al., 2007).

Uno de los inconvenientes que ha presentado el uso de almidón para el desarrollo de materiales capaces de reemplazar el plástico de un solo uso, son las pobres propiedades mecánicas que los materiales obtenidos de estas fuentes ofrecen y su alta hidrofiliidad (Jiménez et al., 2012, Li et al., 2015). Algunas investigaciones han demostrado que estas propiedades pueden ser mejoradas mediante la adición de materiales de relleno (sílice, carbonato de calcio y arcilla) y

compuestos funcionales (plastificantes, materiales hidrofóbicos, entre otros) (Khalil et al., 2016). De igual forma, métodos de modificación del almidón han mostrado mejora en las propiedades de películas obtenidas con almidones modificados de diferentes fuentes tales como yuca, ñame (Gutiérrez et al., 2014) batata (Li et al., 2015), maíz, papa (Hu et al., 2009), entre otros, resultando también en películas más transparentes.

Si bien, varias fuentes de almidón han sido investigadas en forma nativa y modificada, los estudios con almidón de batata son escasos, por lo que, en esta investigación se desarrollaron y caracterizaron películas a base de almidón de batata evaluando el efecto del tipo de almidón (nativo y oxidado), concentración de almidón (3 y 5 g de almidón/100 g de suspensión) y concentración de carbonato de calcio (0.1 y 0.3 % p/p) para investigar los efectos individuales e interactivos de estos factores sobre las propiedades mecánicas y físicas de películas obtenidas.

## **1. MARCO TEÓRICO/ESTADO DEL ARTE**

El plástico es uno de los materiales más utilizados en todo el mundo, el manejo de este se ha convertido en un problema mundial, debido a que en el planeta se han producido más de 8.300 millones de toneladas de plástico desde principios de la década de 1950, adicionalmente alrededor del 60 % de ese plástico ha terminado en un vertedero. Por otro lado, más del 99 % de los plásticos se producen a partir de productos químicos derivados del petróleo, el gas natural y el carbón, todos los cuales son recursos no renovables (ONU Medio ambiente, 2018).

El mayor problema que ha generado el plástico se centra en que la mitad de todo el plástico producido está diseñado para tener un solo uso y posteriormente, desecharse (ONU Medio Ambiente, 2018), terminando gran parte de éste en los océanos, ocasionando efectos devastadores en la vida marina.

En vista de la grave contaminación medioambiental provocada por los plásticos, especialmente los de un solo uso, un gran número de investigaciones se han centrado en la obtención de material ecológico, tales como las películas biodegradables fabricadas a partir de polímeros naturales, con propiedades similares (Bangar et al., 2021). Según estudios previos, las proteínas, los carbohidratos como la celulosa y los almidones son ampliamente utilizados en la producción de películas biodegradables, especialmente, el almidón, por ser una fuente renovable, ampliamente disponible, relativamente fácil de manejar y económica (Bangar et al., 202; Maizura et al., 2007).

El almidón constituye más del 60 % de los granos de cereal y es relativamente fácil de separar de los otros componentes químicos (Arvanitoyannis

y Kassaveti 2009). También se encuentra presente en tubérculos, semillas de leguminosas y en algunas frutas, y su concentración varía con el estado de madurez de estos (Thomas y Atwell, 1999).

### **1.1. Almidón**

El almidón es un polímero de alto peso molecular, conformado por unidades de hidro-glucosa unidas por enlaces  $\alpha$ -D glúcidos. Las moléculas de almidón están formadas por dos polisacáridos muy similares, aunque químicamente distinguibles: amilosa y amilopectina (Li, Scanlon, 2006). La amilosa tiene menor peso molecular que la amilopectina (Hans 2001), en el almidón éstas pueden representar cantidades de peso aproximado de 15-30 % y 85-70 %, respectivamente (Jay-lin et al., 1994). La amilosa se caracteriza por ser un polímero lineal de unidades de D-glucosa unidas por enlaces  $\alpha$  (1-4) de los cuales algunos son enlaces  $\alpha$  (1-6); mientras que, la amilopectina está formada por cadenas de  $\alpha$  D-glucopiranosidos unidos por enlaces  $\alpha$  (1-4) y enlaces  $\alpha$  (1-6), siendo el componente mayoritario del almidón (Hernández et al., 2008).

La relación entre la amilosa y amilopectina es un factor muy importante, debido a la influencia que tiene en las propiedades fisicoquímicas del almidón y, por ende, en las características de los productos obtenidos a partir del mismo. Algunos investigadores han demostrado, por ejemplo, que, al emplear almidón para la obtención de películas, éstas resultan con mayor dureza cuando se incrementa el contenido de amilosa (Tharanathan, 2003).

Por otro lado, debido a la capacidad que tiene el almidón para formar matrices continuas, por su propiedad de gelatinización, ha sido ampliamente utilizado en el desarrollo de películas biodegradables y películas comestibles,

donde diversas fuentes han sido estudiadas, encontrándose comúnmente cereales como el maíz y tubérculos tales como yuca, papa, ñame (Gutierrez et al., 2014) y en menor medida la batata (Li et al., 2015).

## **1.2. Batata**

La batata (*Ipomoea batatas*) es un vegetal económico y de fácil acceso, por su valor nutritivo, se cultiva extensamente en muchas regiones del mundo (Alotaibi y Tahergorabi, 2018). En China, es uno de los alimentos básicos más comunes, destacándose este país como uno de los mayores productores. En Colombia, la región caribe es la principal productora y consumidora de esta raíz tuberosa, especialmente en los departamentos de Sucre, Atlántico, Magdalena y Córdoba. En los últimos años, el cultivo de batata en Colombia ha venido aumentado debido a los acuerdos comerciales de Colombia con países como Holanda, tal como en el 2020 se exportaron 25 toneladas de estos vegetales frescos, de la variedad Aurora (El Tiempo 2020), variedad que se caracteriza por el color naranja de su pulpa.

La mayor parte de la batata producida en Colombia ha venido limitándose al consumo familiar y a la venta en mercados locales (Flórez et al., 2016).

Debido a las dificultades de almacenamiento y la falta de procesamiento, una gran cantidad de batata se pierde luego de la cosecha, por lo que la utilización del almidón extraído de batata, como fuente polimérica para la obtención de películas comestibles, sería una buena opción de aprovechamiento y agregación de valor a este tubérculo. Este tipo de almidón posee un mayor contenido de amilosa que otros almidones nativos, como el de yuca, ñame y plátano, los cuales

han sido estudiados por diferentes investigadores para el desarrollo de películas más resistentes (Almeida et al., 2011; Cifuentes y Pérez, 2017; Navarro et al., 2011; Osés et al., 2009) Sumado a esto, es sabido que, la batata es una fuente rica en fibra dietética, minerales, vitaminas y antioxidantes, como ácidos fenólicos, antocianinas, tocoferol,  $\beta$ -caroteno y ácido ascórbico (Flórez et al., 2016; Issa et al., 2017). Estos nutrientes podrían migrar desde las películas comestibles a los alimentos y, por lo tanto, aumentar el valor nutricional del producto (Alotaibi y Tahergorabi, 2018).

Las películas obtenidas a partir del almidón de batata, así como de cualquier otra fuente, exhiben varias deficiencias tales como fragilidad, alta sensibilidad a la humedad y poca resistencia mecánica (Jiménez et al., 2012, Li et al., 2015). Investigaciones, han demostrado que las propiedades de las películas a base de almidón pueden mejorarse con la adición de plastificantes (Sothornvit y Krochta 2001; Talja et al., 2008), modificación del almidón (Fonseca et al., 2018) o la adición de materiales de relleno (Jiménez et al., 2012; Wilhelm et al., 2003).

### **1.3. Modificación del almidón**

En la actualidad, las propiedades funcionales, organolépticas y mecánicas de las películas de almidón se pueden modificar mediante la adición de varias sustancias químicas en determinadas cantidades (Mali et al., 2005; Romero-bastida et al., 2005); sin embargo, estas adiciones no son deseables en las películas comestibles. Por eso, se prefiere modificar las propiedades de la película mejorando las propiedades del almidón en sí, con lo que se han producido varios almidones modificados como por ejemplo el almidón oxidado (Fonseca et al., 2018).

El almidón oxidado se usa ampliamente en alimentos y aplicaciones industriales para proporcionar propiedades de recubrimiento y tamaño de superficie (Scallet y Sowell, 1967). El almidón oxidado es comúnmente preparado haciendo reaccionar almidón con una cantidad especificada de oxidante a temperatura y pH controlados. Aunque se han utilizado muchos oxidantes, la producción comercial de almidón oxidado generalmente emplea hipoclorito de sodio como el reactivo oxidante. Durante la reacción de oxidación, los grupos hidroxilo en las moléculas de almidón se oxidan primero a grupos carbonilo y luego a grupos carboxilo. Por lo tanto, los números de grupos carboxilo y carbonilo en almidón oxidado indican el grado de oxidación, que tiene lugar principalmente en el grupo hidroxilo de las posiciones C-2, C-3 y C-6 (Wurzburg, 1986).

Aunque las principales aplicaciones del almidón oxidado se encuentran en las industrias del papel y textil, su aplicación en la industria alimentaria está aumentando debido a su baja viscosidad, alta estabilidad, alta transparencia, excelente formación de película y unión (Ma et al., 2020).

Zamudio-Flores et al. (2006) reportó una película de almidón preparada con diferentes almidones de banano oxidados. En ellos encontró que la resistencia a la tracción se incrementaba con el grado de oxidación, asociado a la presencia de grupos carboxilo y carbonilo en el almidón oxidado que podría producir puentes de hidrógeno con el OH, grupos de las moléculas de amilosa y amilopectina; estos enlaces dieron más integridad estructural en la matriz polimérica que aumentó la resistencia a la tracción.



#### **1.4. Plastificantes y materiales de relleno**

Independientemente del tipo de almidón que se emplee para la elaboración de películas, es necesario la aplicación de plastificante, el cual actúa como un lubricante, facilitando la movilidad de las cadenas poliméricas al disminuir las fuerzas intermoleculares (Villada et al., 2008). La acción del plástificante depende del tipo de plastificante y la cantidad añadida. Terassi et al. (2016), afirman que el uso de plastificante como glicerol, sorbitol y polietilenglicol en películas de almidón mejoran las propiedades mecánicas, aumentando la flexibilidad de las películas, debido a que la adición de estos reduce los enlaces de hidrógeno mientras que aumenta el espacio molecular.

Cabe resaltar que, dentro de los plastificantes más empleados en la elaboración de películas a base de almidón, se destaca el uso del glicerol por las mejoras en las propiedades mecánicas que se han alcanzado con su uso. Algunas investigaciones donde se ha evaluado el uso de glicerol y sorbitol como plastificantes, han demostrado la alta eficiencia del glicerol, al obtener películas con mayor flexibilidad y elasticidad que las películas con sorbitol (Ballesteros-Mártinez et al., 2020; Grylewicz et al., 2019).

Por otro lado, se ha demostrado que la introducción de rellenos inorgánicos a una matriz polimérica aumenta su resistencia y rigidez y algunas veces proporciona propiedades especiales, por el efecto sinérgico entre los componentes de los materiales (Wilhelm et al., 2003). Los rellenos inorgánicos ampliamente utilizados en este campo se encuentran la sílica, el Carbonato de Calcio ( $\text{CaCO}_3$ )

y la arcilla (Schmid, 2002), aun que también se ha informado el uso de talco, mica, dióxido de titanio, óxido de aluminio, carbonato de magnesio, hidróxido de calcio, cerámicas, sílica gel, minerales naturales, entre otros (Andersen y Hodson, 2001; Andersen et al., 2001) en concentraciones que varían desde 0,005 a 5% del peso de la composición (Enríquez, Velasco y Ortiz, 2012).

Dentro de los rellenos orgánicos podría asegurarse que, el calcio es uno de los aditivos básicos más utilizados para la elaboración de plásticos, ya que, mejora las propiedades del polímero, debido a su resistencia al envejecimiento y a la propiedad de reducir la sensibilidad a la humedad (Shafiur et al., 2016). Siendo el Carbonato de Calcio el material de relleno más utilizado en la industria del plástico y papel (Sun et al., 2014). A pesar de su amplio uso en la industria del plástico y del papel, su uso como material de relleno en películas a base de maíz es limitado. En un estudio, Gutiérrez-cuello et al, (2015), informaron que al adicionar  $\text{CaCO}_3$  en una solución filmógena a base de almidón de yuca, proteína de suero lácteo y goma gelana, éste favoreció la gelificación de la goma gelana. Por su parte, Sun et al, (2014), reportaron que la adición de nanopartículas de  $\text{CaCO}_3$  en películas de almidón de maíz provocó un aumento significativo en las propiedades mecánicas y en la opacidad, y disminuyó el grado de permeabilidad y solubilidad de las películas en comparación con las películas que sólo contenían almidón de maíz.

### **1.5. Propiedades físicas**

En el desarrollo de las películas biodegradables las propiedades físicas y químicas dependen de la organización física y química (las cantidades respectivas de estos polisacáridos), los cuales otorgan determinadas propiedades fisicoquímicas y características funcionales a los diferentes almidones. Además de la amilosa y amilopectina, existen otros componentes en pequeñas proporciones como: proteínas, lípidos, grupos fosfato y trazas de materiales inorgánicos;

tanto la fuente botánica y las condiciones de almacenamiento de los almidones determinan el contenido de estos compuestos que imparten efectos drásticos en las propiedades fisicoquímicas (Moorthy, 2002). Las películas a menudo contienen componentes hidrofílicos como proteínas o polisacáridos. Estas películas proveen, bajo ciertas condiciones de humedad relativa (HR), buenas propiedades de barrera de transmisión a los gases, aunque pobres propiedades de barrera al vapor de agua (Kester y Fennema, 1986).

Entre las principales propiedades que presentan y son de interés de estudio se tienen: actúan como barrera a la humedad, al oxígeno y al dióxido de carbono. La permeabilidad de las películas o cubiertas comestibles se relacionan con la resistencia a los gases, al vapor de agua y al transporte de solutos (Allen et al., 1963).

### **1.6. Propiedades térmicas**

En la composición de las biopelículas el estudio sobre las propiedades térmicas o conocidas también como TGA es importante y determinante en el comportamiento que presentan estos materiales. Estas se aplican para caracterizar la transición de fase de materiales poliméricos, en estas pruebas se

registra el flujo de calor que atraviesa el polímero en función de la temperatura y del tiempo de exposición. Para el desarrollo de este análisis implica la degradación térmica de la muestra en una atmósfera inerte con registro simultáneo de pérdida de peso de la muestra a medida que aumenta la temperatura a una velocidad constante (Singh, Wu & Williams, 2012).

Otro método empleado para determinar propiedades térmicas es a través de la Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC), este flujo se mide empleando un equipo que mantiene un equilibrio térmico entre la referencia y la muestra mientras estas son sometidas a calentamiento y enfriamiento controlado, es decir, que determina la diferencia de energía entregada o extraída (Álzare et al., 2013)

### **1.7. Propiedades mecánicas**

En el desarrollo de películas biodegradables se tiene presente la intención de aprovechar las ventajas que aporta la adición de los diferentes componentes en las formulaciones de películas y recubrimientos, por medio de la combinación entre un polímero y un material de relleno, aumentando así el rendimiento de este tipo de propiedades, las cuales están relacionadas con la resistencia a la fractura, módulo de elasticidad, firmeza y el porcentaje de elongación, las cuales dependen de la cohesión estructural del material que se obtiene (Bosquez, 2003; Pastor et al., 2010).

Las propiedades mecánicas son un factor clave para considerar la viabilidad y eficacia del trabajo por lo que los ensayos de esfuerzo donde se evalúa la deformación, son comunes y constantes para analizar el comportamiento mecánico de los materiales, permitiendo determinar la capacidad del material para

resistir o soportar cargas y no deformarse cuando estos son sometidos a tensión (Rivero, 2012). Estas propiedades dependen en gran medida de los tipos de materiales empleados y la interacción de estos y el grado de cohesión existente en la matriz (Parra, 2017). En el análisis de estas matrices es importante considerar que la geometría de la muestra, la temperatura y la velocidad de deformación son factores que se deben controlar y tener presente junto con la adición de materiales de relleno o plastificantes para mejorar estas propiedades.

El contenido de plastificante que está presente en la biopelícula determina y contribuye a una disminución en la fuerza de tensión y del módulo elástico, y a una mayor elongación (Parra, 2017), por lo que se hace necesario evaluar estos parámetros para caracterizar las películas comestibles.

## 2. METODOLOGÍA

### 2.1. Extracción del almidón

Las muestras de batata variedad Aurora fueron adquiridas en el mercado local de Montería- Córdoba. Estas fueron lavadas, peladas y cortadas en pequeñas piezas para facilitar la trituration (Figura 1).

*Figura 1. Adecuación de la materia prima*



Para la obtención del almidón nativo se empleó el método descrito por (Daiuto, 2005), la batata picada se sometió a trituration en agua por medio del licuado, con una licuadora de uso doméstico; empleando una relación raíz: agua de 1:2. Luego la suspensión trituration se filtró a través de un tamiz de 0.250 mm. La suspensión resultante de almidón se mantuvo a temperatura ambiente (27°C) durante 8 h para la decantación del almidón. El líquido sobrenadante fue descartado y el almidón precipitado se sometió a secado en una estufa (UN 55

plus, Memmert, Alemania) a 55 °C durante 14 horas. El almidón seco se molió con ayuda de un molino manual y se tamizó a malla 200.

## **2.2. Oxidación del almidón de batata**

La oxidación del almidón de batata se realizó de acuerdo con lo propuesto por Wang y Wang (2003) con algunas modificaciones. Se preparó una suspensión de almidón al 20 % (p / v), la cual se calentó a 35 °C durante 15 min, con agitación constante (figura 2). Posteriormente, el pH se ajustó a 9.5 con NaOH 0.3 eq-g L-1 y NaClO 2.0% de cloro activo (p/v), manteniendo el pH en 9.5 con NaOH 0.3 eq-g L-1 durante una hora. Después, el pH se neutralizó a 7.0 con HCl 0.3 eq-g L-1 y se procedió a filtrar el almidón por succión con un embudo Buchner (filtro Whatman # 4), realizando dos lavados con agua destilada y se secó en una estufa a  $35 \pm 2$  °C durante 48 h hasta peso constante. Finalmente, el almidón obtenido se redujo en un molino manual.

*Figura 2. Montaje del proceso de oxidación de almidón*



### 2.3. Obtención de las películas de almidón nativo y oxidado

Para la obtención de las películas se empleó el método reportado por Araujo- Farro et al. (2010) con algunas modificaciones. Se prepararon suspensiones a diferentes concentraciones de almidón y carbonato de calcio en 100 ml de agua destilada, agitando moderadamente durante 20 minutos a temperatura ambiente. Esta suspensión se calentó a 100 °C por 30 min, con agitación constante. Después de la gelatinización, se agregó 30% de glicerol (p/p con relación al peso del almidón en base seca), la mezcla fue nuevamente agitada utilizando un baño de ultrasonido 1510R-DTH (branson ultrasonic, México) para retirar el aire ocluido. La solución caliente fue vertida en cajas de Petri de 8 cm \* 15 mm, agregando 20 gr de suspensión en cada caja. Las películas se obtuvieron por secado en una estufa (UN 55 plus, Memmert, Alemania) a 40°C por 48 horas. Posterior al secado, cuando las películas alcanzaron la temperatura ambiente, fueron desmoldadas (figura 3) y se mantuvieron en condiciones de equilibrio a 25°C y 53% de HR dentro de un desecador con una solución saturada de  $Mg(NO_3)_2$  hasta días antes de los análisis.

Figura 3. A) Solución filmógena de almidón oxidado b) solución filmógena de almidón nativo y c) película de almidón oxidado.





## **2.4. Caracterización de las películas**

## **2.5. Propiedades mecánicas de la película**

Las propiedades mecánicas de las películas se evaluaron siguiendo el método estándar D882-18 descrito por la Sociedad Americana para Pruebas de Materiales (ASTM, 2018), con algunas modificaciones; cinco muestras de cada formulación fueron cortadas con una cuchilla en tamaños de 136 mm × 12.54 mm con un previo acondicionamiento a 15 °C con un 20 % de humedad relativa. En un medidor de textura (Instron® modelo 3366, Norwood, MA) se dispusieron las muestras sostenidas por unas pinzas, con una velocidad de separación de 12.5 mm/min, para así determinar la tensión a la fractura, el porcentaje de elongación y el módulo elástico. Antes de las pruebas, se midió el espesor de las muestras con un micrómetro diez puntos al azar en la película y se usó el promedio de estos valores para calcular el área de la sección transversal (igual al espesor multiplicado por el ancho). Las muestras fueron analizadas en el laboratorio de materiales de La Ford® en Missouri, Estados Unidos.

### **2.5.1. Determinación del color**

El color de las películas se determinó usando un colorímetro CR-10 PLUS Color Reader (Konica Minolta, Japón), calibrado con una placa blanca estándar ( $L^*_0=94.4$ ,  $a^*_0=-1.7$ ,  $b^*_0=5.1$ ). Se utilizó la escala CIELab para determinar los parámetros  $L^*$ ,  $a^*$ , y  $b^*$ , donde  $L^*$  indica el grado de luminosidad (0 para negro y 100 para el blanco) y los parámetros  $a^*$  (rojo - verde) y  $b^*$  (amarillo - azul) que

describen las coordenadas de cromaticidad. Los análisis se realizaron por triplicado, registrando ocho mediciones para cada película.

### **2.5.2.Solubilidad en agua**

Para determinar la solubilidad en agua de las películas, estas fueron acondicionadas durante siete días a 25 °C a una humedad relativa del 0 % en un desecador utilizando sílica gel. La solubilidad de las películas se determinó por triplicado, aplicando la metodología descrita por (Flores; Fama; Rojas; Goyanes & Gerschenson, 2007). Cuadros con 4 cm<sup>2</sup> de área de cada película fueron cortados, pesados y sumergidos en 20 ml de agua destilada. Luego, se agitaron lenta y periódicamente durante 24 h a temperatura ambiente. Posteriormente, se sometieron a filtrado con papel filtro grado F102 (retención de partículas de 3 μm) para obtener la película no disuelta, luego esta masa retenida se sometió a secado a 60 °C hasta peso constante. El porcentaje de solubilidad en agua se calculó mediante la siguiente ecuación:

$$\% \text{ Solubilidad} = (m_i - m_f) / m_i ) * 100$$

Donde  $m_i$  es el peso inicial de la película y  $m_f$  el peso final de la película.

### **2.5.3.Estabilidad en soluciones ácidas**

Para evaluar la estabilidad de las películas en soluciones ácidas se empleó el método descrito por Gutiérrez (2015) con algunas modificaciones. Piezas de películas de aproximadamente 4 cm<sup>2</sup> se pesaron y sumergieron en una solución estándar de ácido clorhídrico (0.1 mol/L). Los recipientes se sellaron y mantuvieron a temperatura ambiente en un lugar oscuro durante 15 días. La estabilidad de las películas en estos medios se siguió mediante cambios en la apariencia física los cuales fueron registrados por medio de fotografías.

## **2.6. Análisis estadístico**

Para evaluar el efecto de los factores sobre las variables respuesta en las películas obtenidas, se empleó un diseño experimental factorial  $2^* 2^* 2$  completamente al azar, correspondiente al tipo de almidón (nativo y oxidado), concentración de almidón (3 y 5 g de almidón/100 g de suspensión) y concentración de carbonato de calcio (0.1 y 0.3 % p/p). Se aplicó el análisis de varianza (ANOVA) al 95 % para determinar si los factores experimentales ejercen efectos significativos sobre las respuestas, utilizando el software JMP 9.0.1 (SAS Institute).

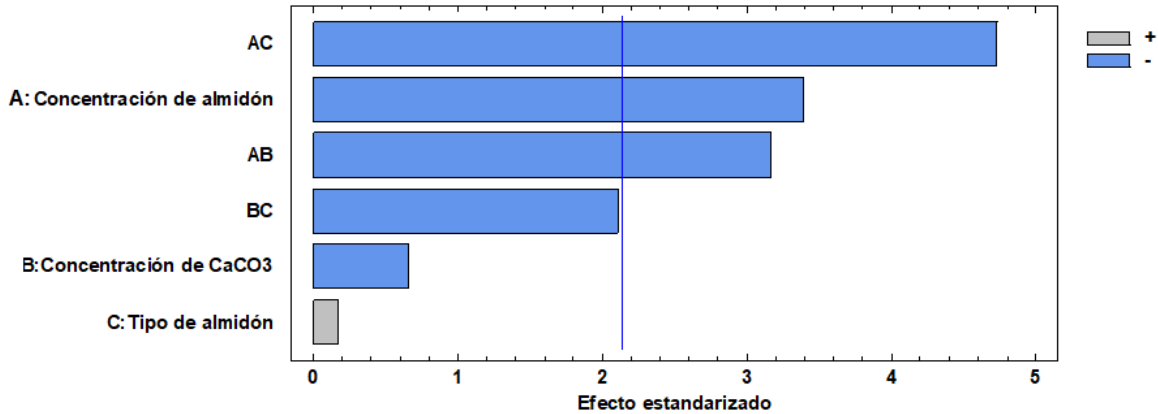
## **3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN**

Las propiedades mecánicas de tensión a la fractura (TF), porcentaje de elongación (PE) y módulo de Young (MY) son las respuestas más comúnmente reportadas para describir las propiedades mecánicas de las películas comestibles. La determinación de estos parámetros son importantes debido a que el uso de este material implica soportar cierto estrés y deformación dependiendo de la aplicación deseada (Khalil et al., 2016; Wahab y Razak, 2016).

Los resultados para las propiedades mecánicas mostraron que la tensión a la fractura y el módulo de Young registraron un comportamiento similar (anexo 1). De acuerdo con el ANOVA fueron influenciados significativamente por el efecto de la concentración de almidón ( $P= 0.0073$  y  $p= 0.0041$ , respectivamente) y por las interacciones de la concentración del almidón con la concentración de  $\text{CaCO}_3$  ( $p= 0.0196$  y  $p= 0.0064$ , respectivamente) y con el tipo de almidón ( $p= 0.0002$  y  $p= 0.0003$ , respectivamente), a un nivel de confianza del 95 %. A continuación, se muestra el gráfico de Pareto donde se evidencia el efecto negativo de estos

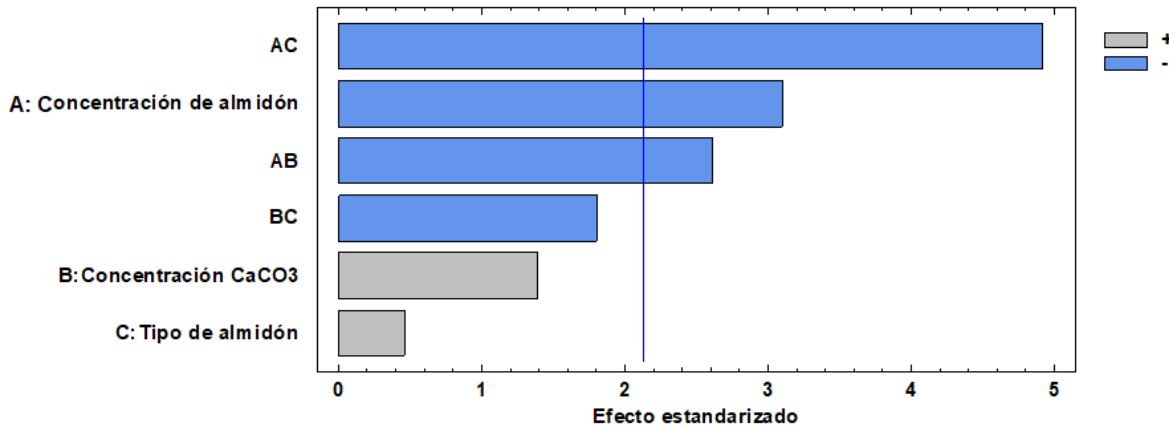
factores sobre la variable respuesta del módulo de Young (Figura 4) y tensión a la fractura (Figura 5).

figura 4. diagrama de Pareto Estandarizada para Módulo de Young



Fuente: propia

figura 5. Diagrama de Pareto Estandarizada para Tensión a la fractura



Fuente: propia

El efecto negativo de las interacciones sobre la tensión a la fractura y módulo de Young indica que la combinación de la concentración del almidón con la concentración de CaCO<sub>3</sub> y el tipo de almidón, disminuyen la resistencia de la

película. Como puede observarse en los gráficos de superficie de respuesta, los niveles bajos de concentración de almidón y  $\text{CaCO}_3$ , reducen la tensión y el módulo de Young, es decir, a estas condiciones se formaron películas más frágiles y flexibles, lo cual, puede ser debido a que a estas concentraciones no se alcanza una buena adhesión entre el relleno y la matriz, es decir, existe poca interacción intermolecular entre los grupos hidroxilo del almidón con el  $\text{CaCO}_3$ . Este comportamiento en las películas también se obtiene cuando se trabaja con alto nivel de concentración de almidón oxidado (nivel 1).

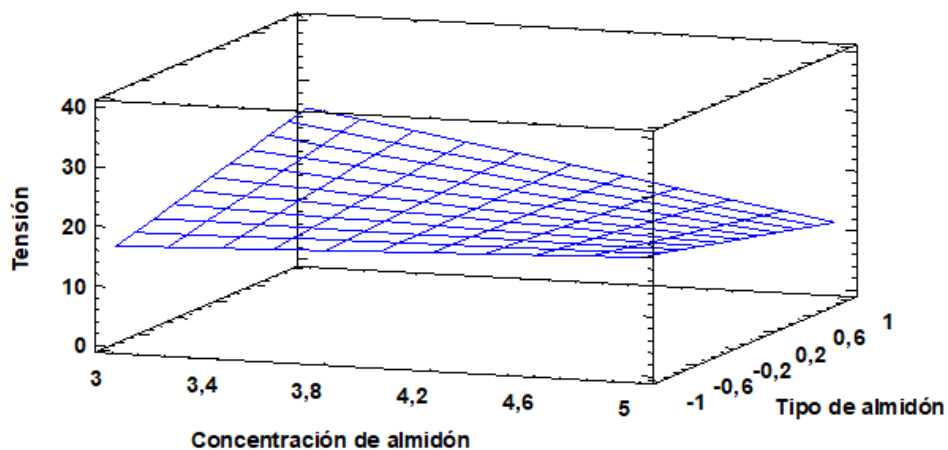
El mayor valor obtenido para la tensión y módulo de Young lo presentó la película elaborada con 3 % de almidón oxidado y 0.1 % de  $\text{CaCO}_3$ , alcanzando un valor de 30.1 MPa y 4170.18 MPa, respectivamente. Este valor de tensión es alto en comparación con los valores que han sido reportados para películas de almidón modificado de batata, donde se han informado valores de tensión por debajo de los 8 Mpa (Choi et al., 2022; Indrianti et al., 2018), de igual forma se han reportado valores de tensión de 1.41 MPa para películas elaboradas con almidón nativo de maíz empleando como material de relleno nanopartículas de  $\text{CaCO}_3$  (Sun et al., 2014).

Estudios han demostrado que la oxidación del almidón conduce a una mayor interacción entre cadenas poliméricas, afectando la cristalinidad y flexibilidad de la película y por lo tanto, causando un aumento en la resistencia a la tracción en películas obtenidas con almidón oxidado (Zhang y otros 2009). Adebowale y Lawal (2003) demostraron el aumento de la dureza del gel formado en almidón de yuca oxidado con hipoclorito de sodio, debido a los enlaces de hidrógeno en comparación con el almidón nativo, esto, por la formación de grupos

carboxilo y carbonilo y reducción en el tamaño de las moléculas de amilosa, resultado del efecto de la oxidación.

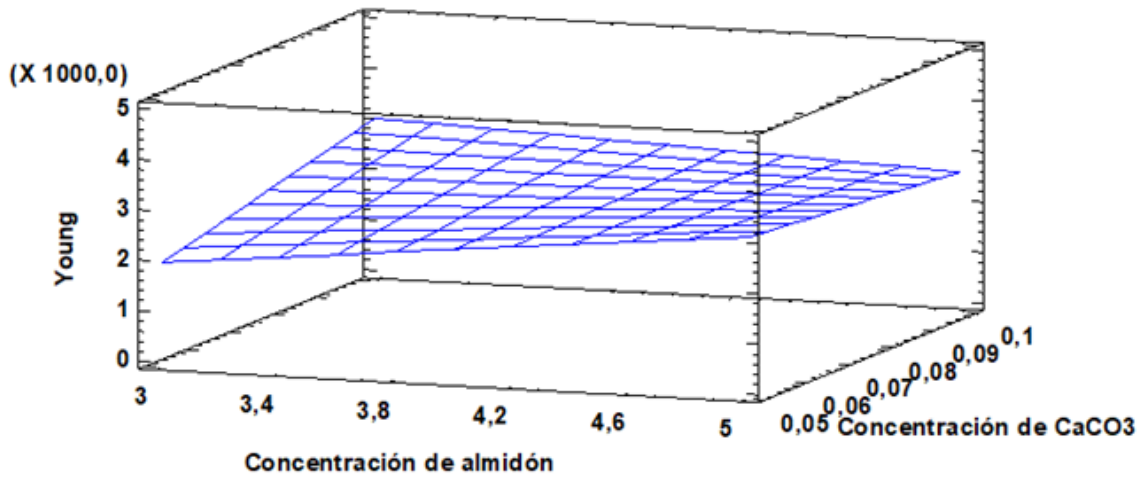
En el actual estudio el valor alto de tensión y módulo de Young alcanzado para la película elaborada con 3 % de almidón oxidado y 0.1 % de CaCO<sub>3</sub>, no solo es consecuencia de la naturaleza del almidón, la estructura modificada del almidón oxidado, sino también a la presencia de las partículas de CaCO<sub>3</sub>, que a determinadas concentraciones puede aumentar las propiedades mecánicas de películas a base de almidón (Sun et al., 2014). Es posible que a estas concentraciones se alcance un buen estado de dispersión de las partículas de CaCO<sub>3</sub>, y a las interacciones entre estas partículas y los segmentos de la cadena del almidón de batata, reduciendo la movilidad de la cadena y, por lo tanto, mejoraron la rigidez de la película.

*Figura 6 Superficie de respuesta estimada de los factores concentración de almidón y tipo de almidón sobre la tensión MPa*



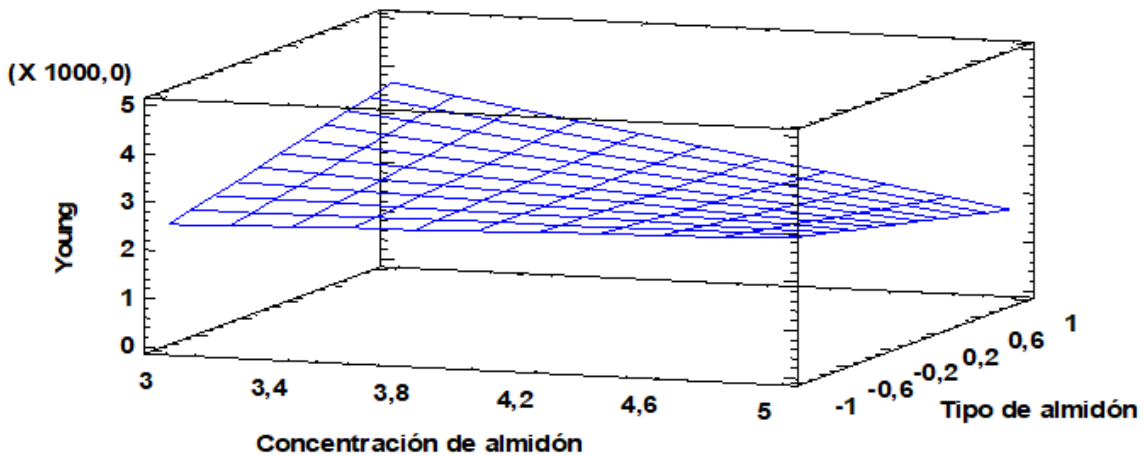
Fuente: propia

Figura 7 Superficie de respuesta estimada de los factores concentración de almidón y concentración de CaCO<sub>3</sub> sobre el módulo de Young MPa



Fuente: propia

Figura 8 Superficie de respuesta estimada de los factores concentración de almidón y tipo de almidón sobre el módulo de Young MPa



Fuente: propia

Otra propiedad mecánica que fue estudiada en las películas obtenidas es el porcentaje de elongación, el cual se emplea para determinar la flexibilidad y capacidad de estiramiento de las películas. La capacidad de deformación es

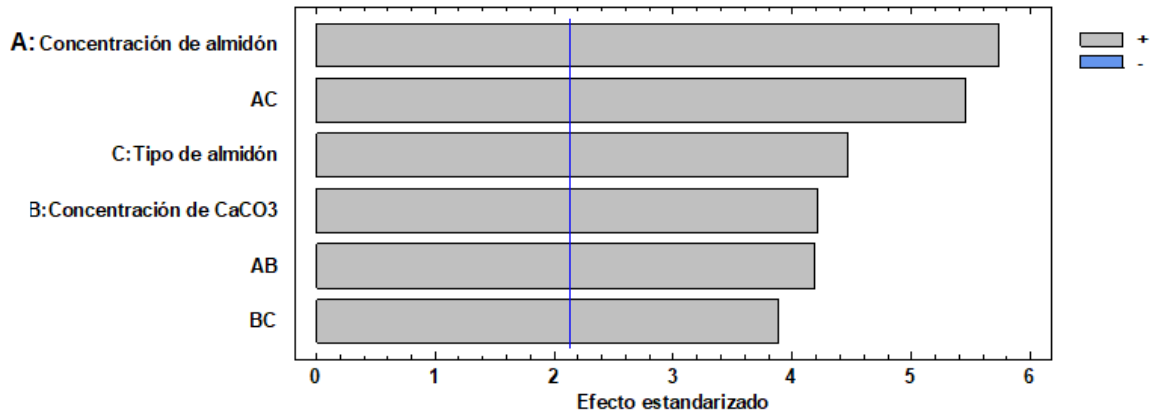
especialmente favorable en industrias como el envasado de alimentos, cosméticos y agricultura para producir productos flexibles y elásticos según las aplicaciones (Khalil et al., 2017c ; Zarina y Ahmad, 2015 ). Los resultados para esta propiedad indicaron según el ANOVA que todos los factores, así como sus interacciones lineales presentaron un efecto significativo positivo ( $p \leq 0.05$ ).

Los valores de porcentaje de elongación oscilaron entre  $3.3 \pm 0.93$  y  $36.7 \pm 1.33$ , donde las películas que presentaron mayor tensión y mayor módulo de young tenían menor elongación, es decir, fueron menos elásticas. En general, las películas mostraron baja elasticidad a excepción de la película obtenida con 5 % de almidón oxidado y 0.1 % de  $\text{CaCO}_3$ , al ser comparadas con otros estudios de películas de almidón de batata que han registrado valores entre 16.28 – 20.12 % (Indrianti et al., 2018).

El efecto de interacción de la concentración de almidón con tipo de almidón y  $\text{CaCO}_3$  evidencia que, al emplear altos niveles de los factores, la película adquiere mayor elasticidad. Este efecto positivo de la concentración de almidón con el tipo de almidón oxidado puede ser debido a la interacción intermolecular entre el grupo hidroxilo y el grupo carbonilo del almidón oxidado, lo que podría conducir a una extensión de la longitud de cadena en la molécula de almidón en la película obtenida, impartiendo extensibilidad (Hu et al., 2019). Algunos investigadores también han informado del efecto del  $\text{CaCO}_3$  en el aumento de la elongación en películas basadas en almidón (Sun et al., 2014).



figura 9. Diagrama de Pareto estandarizado para el porcentaje de elongación.



Fuente: propia

Figura 10 Superficie de respuesta estimada de los factores concentración de almidón y tipo de almidón sobre el porcentaje de elongación

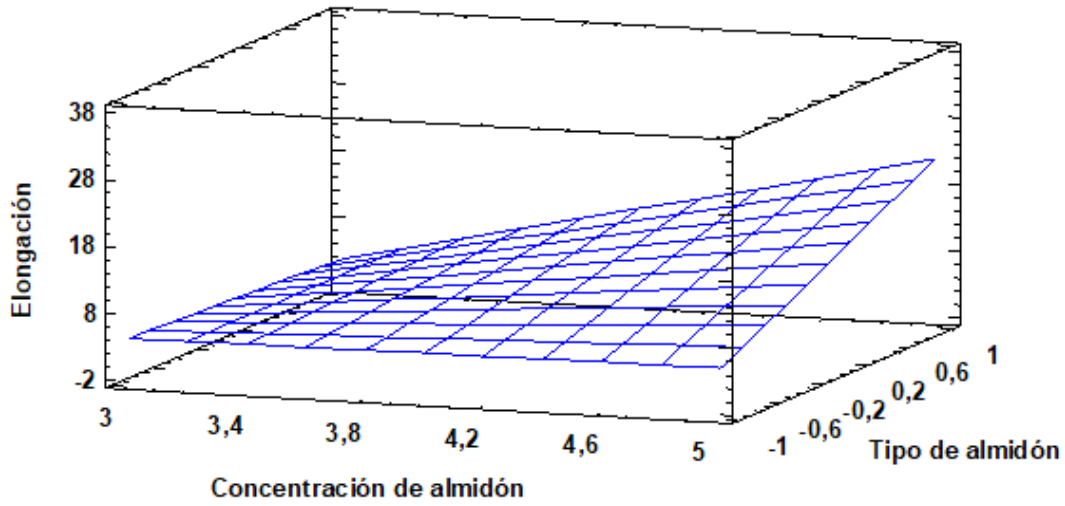
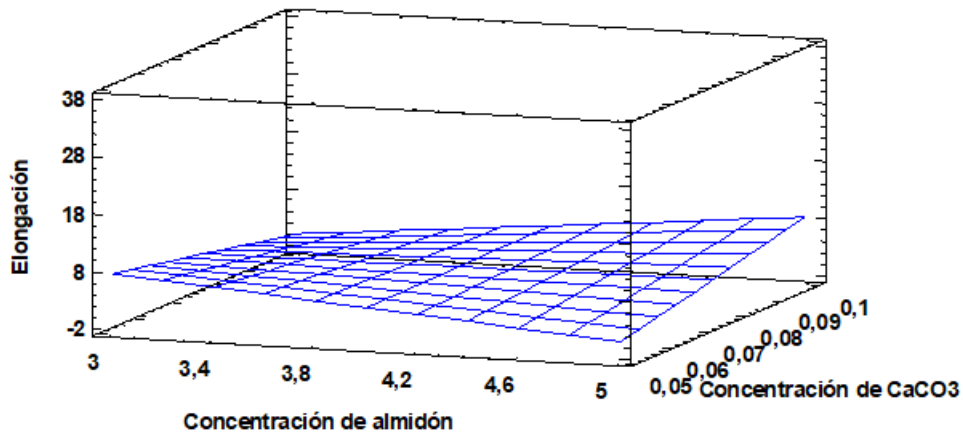


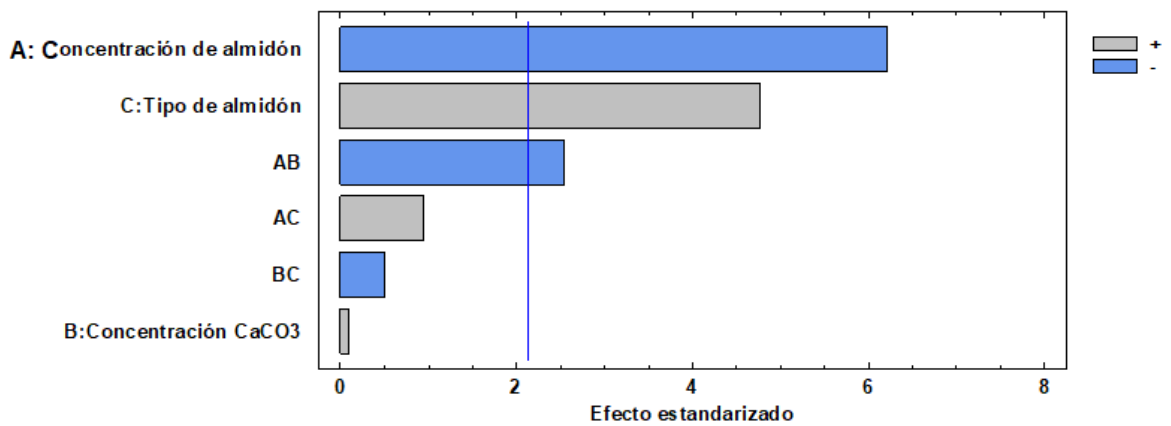
Figura 11 Superficie de respuesta estimada de los factores concentración de almidón y concentración de CaCO<sub>3</sub> sobre el porcentaje de elongación



### 3.1. Parámetro de color L\*

Los valores de luminosidad (L\*) varían entre 0 (negro) a 100 (blanco). Para las películas obtenidas se registró un valor de L\* entre  $83.7 \pm 0.7$  y  $88.3 \pm 0.3$ . De acuerdo con el ANOVA, este parámetro estuvo afectado por el efecto negativo de la concentración de almidón ( $P= 0.000$ ), el efecto positivo del tipo de almidón ( $P= 0.0003$ ) y el efecto negativo de la interacción concentración de almidón con la concentración de CaCO<sub>3</sub> (figura 12).

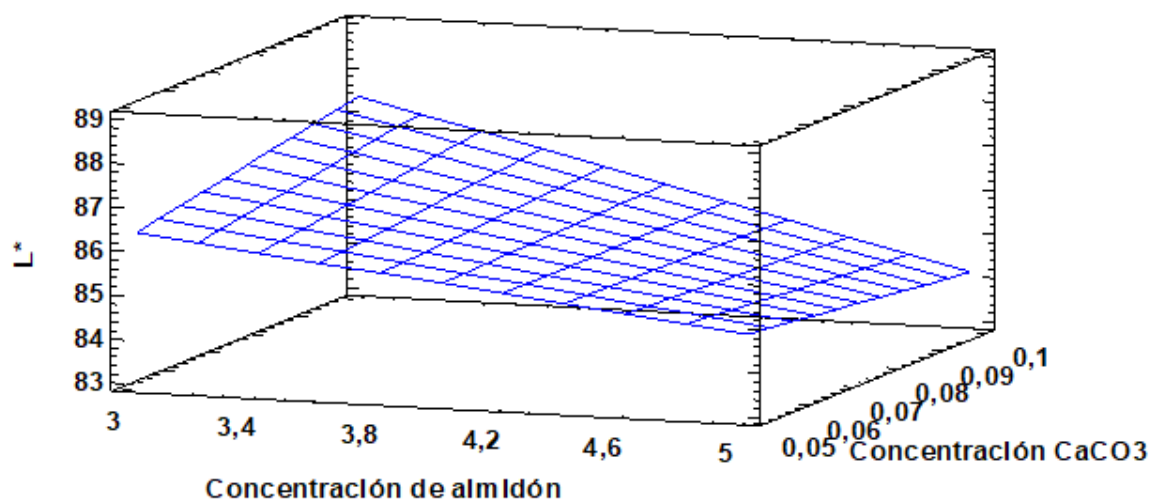
figura 12. Diagrama de Pareto estandarizado para la coordenada de color L\*



Fuente: propia

La figura 13 muestra el efecto de interacción de la concentración de almidón con la concentración de  $\text{CaCO}_3$ , como puede observarse a niveles altos de estos factores, disminuye la luminosidad de las películas, es decir, la película se vuelve más opaca, debido a que, al tener mayor presencia de almidón y  $\text{CaCO}_3$  en la película, los espacios entre moléculas se reducen y por tanto el paso de la luz a través de la película, haciéndola más opaca. Un comportamiento similar ha sido informado para películas a base de almidón maíz reforzado con nanopartículas de  $\text{CaCO}_3$  (Sun et al., 2014) y películas de almidón de yuca con refuerzo de Caolinita (Mbey et al., 2012).

figura 13. Superficie de respuesta estimada de los factores concentración de almidón y concentración de  $\text{CaCO}_3$  sobre la coordenada de color  $L^*$



Fuente: propia

### 3.2. Parámetro de color $a^*$

Valores positivos de  $a^*$  indican coloración roja y valores negativos indican color verde. Los valores de  $a^*$  oscilaron  $2.8 \pm 0.1$  y  $1.0 \pm 0.1$ , estos valores positivos de  $a^*$  indican que las películas tenían cierta tendencia hacia el color rojo.

Según el ANOVA, esta coordenada se vio afectada por todos los factores lineales y sus interacciones. La interacción concentración de almidón con tipo de almidón tuvieron un efecto significativo negativo, por lo que al obtener películas con altas concentraciones de almidón oxidado el valor de  $a^*$  disminuye, indicando que la película presenta menos tendencia al rojo, lo cual se atribuye al efecto blanqueador del hipoclorito de sodio sobre el almidón oxidado.

figura 14. Diagrama de Pareto Estandarizada para la coordenada de color  $a^*$

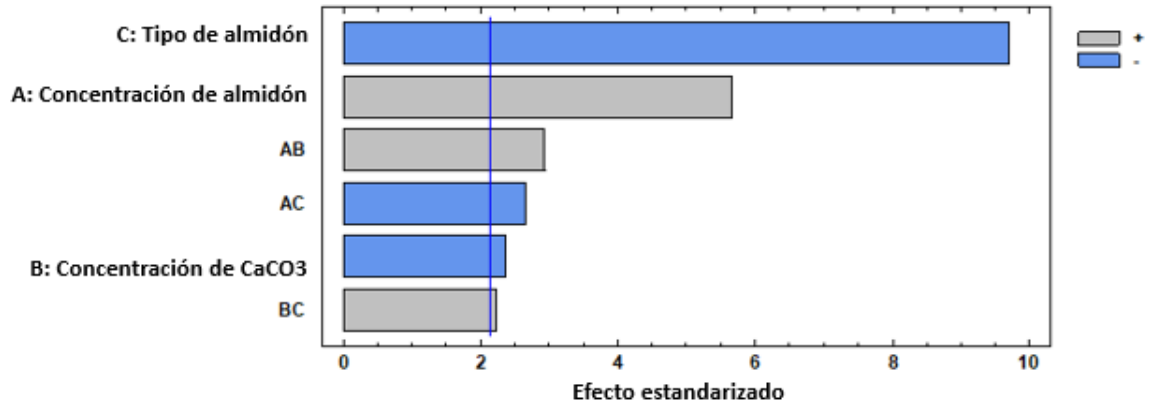
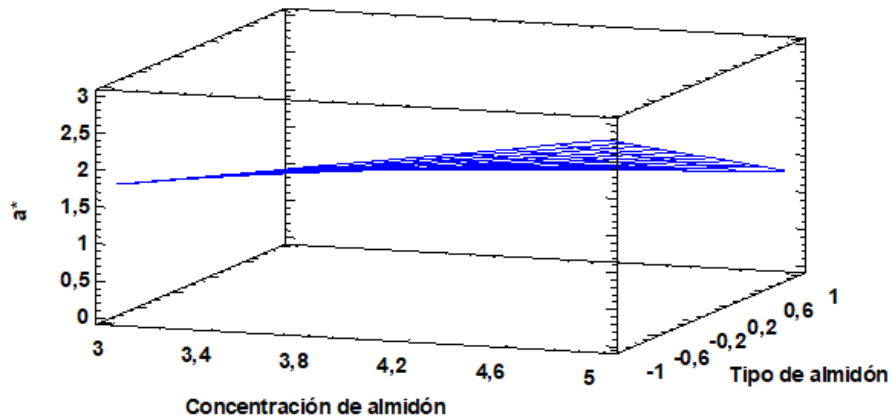


figura 15. Superficie de respuesta estimada de los factores concentración de almidón y tipo de almidón sobre la coordenada de color  $a^*$



### 3.3. Parámetro de color b\*

Valores positivos de b\* indican coloración amarilla y valores negativos indican color azul. La coordenada b\* registró valores comprendidos entre  $17.4 \pm 0.4$  y  $12.4 \pm 0.3$ , estos valores positivos de b\* indican que las películas tenían cierta tendencia hacia el color amarillo, siendo más fuerte en las películas obtenidas con almidón nativo. Según el ANOVA, esta coordenada se vio afectada por el efecto lineal negativo del tipo de almidón ( $p= 0.0000$ ) y el efecto positivo lineal de la concentración de almidón ( $p= 0.0000$ ) y la interacción concentración de almidón con la concentración de  $\text{CaCO}_3$  ( $p=0.0229$ ). El efecto positivo de la interacción se muestra en la figura 17, como puede observarse a mayor concentración de almidón y mayor concentración de  $\text{CaCO}_3$  las películas se tornaban más amarillas.

figura 16. Diagrama de Pareto Estandarizada para la coordenada de color b\*

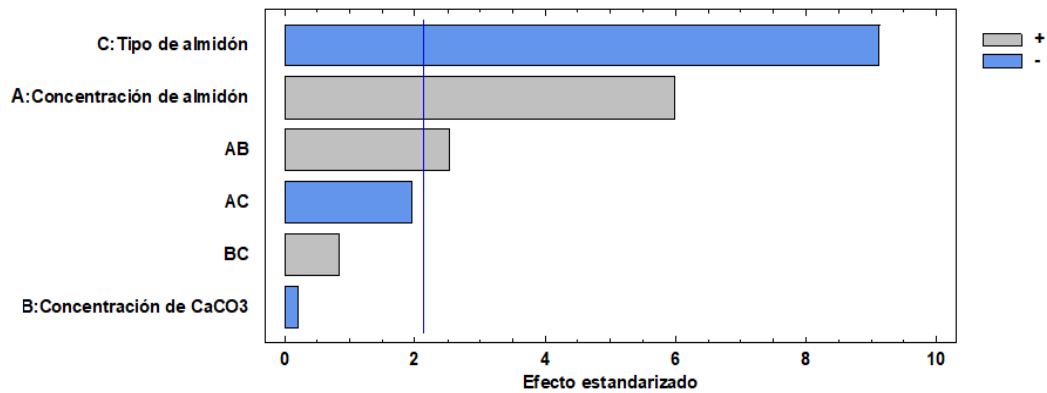
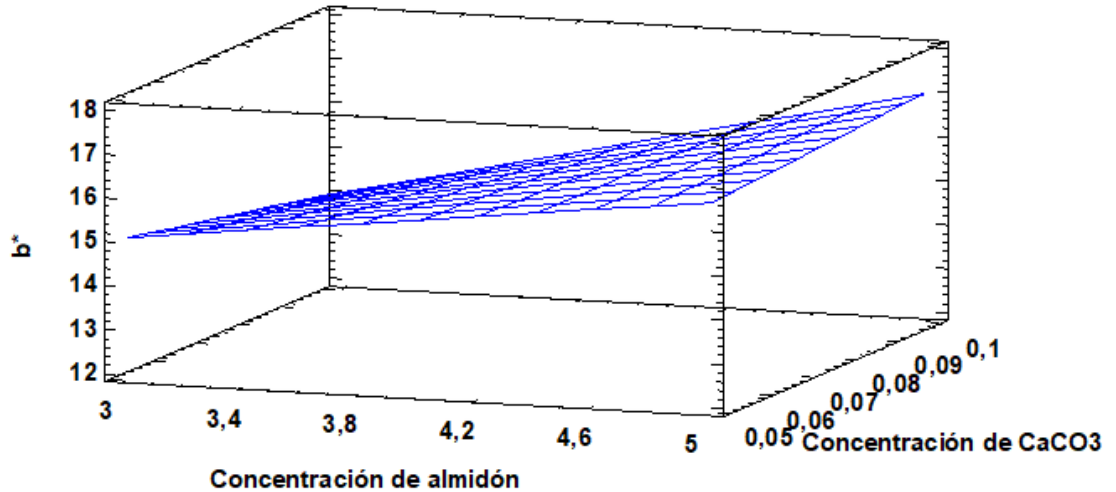


figura 17. Superficie de respuesta estimada de los factores concentración de almidón y concentración de  $\text{CaCO}_3$  sobre la coordenada de color b\*



### 3.4. Solubilidad en agua

Todas las películas mantuvieron su integridad durante el ensayo de solubilidad en agua. Los valores obtenidos de solubilidad en agua de las películas representan el porcentaje de cambio registrado durante el ensayo, por tanto, valores altos indican mayor solubilidad de las películas. En la figura 18 se presentan las muestras durante el ensayo de solubilidad en agua.

figura 18. Ensayo de solubilidad en H<sub>2</sub>O



Fuente: propia

De acuerdo con el ANOVA, la variable respuesta de solubilidad en agua estuvo afectada de manera negativa por el efecto lineal de los factores

concentración de almidón ( $p= 0.0135$ ) y concentración de  $\text{CaCO}_3$  ( $p= 0.0107$ ), así como los efectos de interacciones de tipo de almidón con la concentración de almidón ( $p= 0.0012$ ) y tipo de almidón con concentración de  $\text{CaCO}_3$  ( $p= 0.0431$ ) (figura 19). El comportamiento del efecto de los factores se muestra en la figura 20.

figura 19. Diagrama de Pareto Estandarizada para la solubilidad en H<sub>2</sub>O

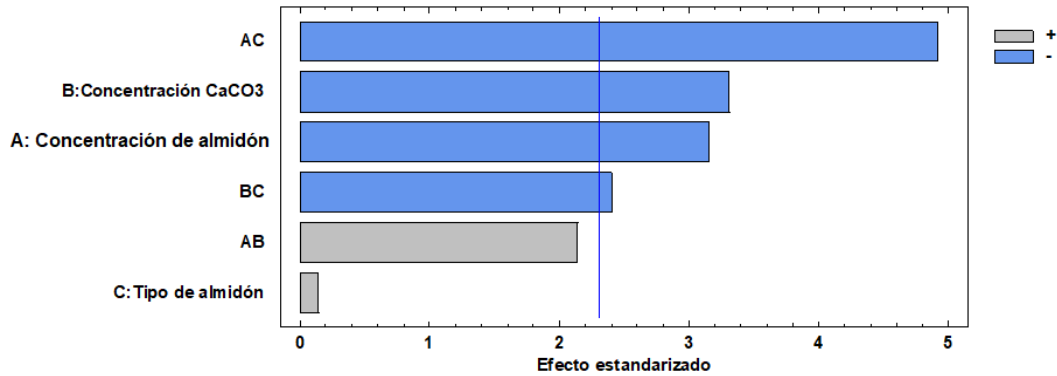
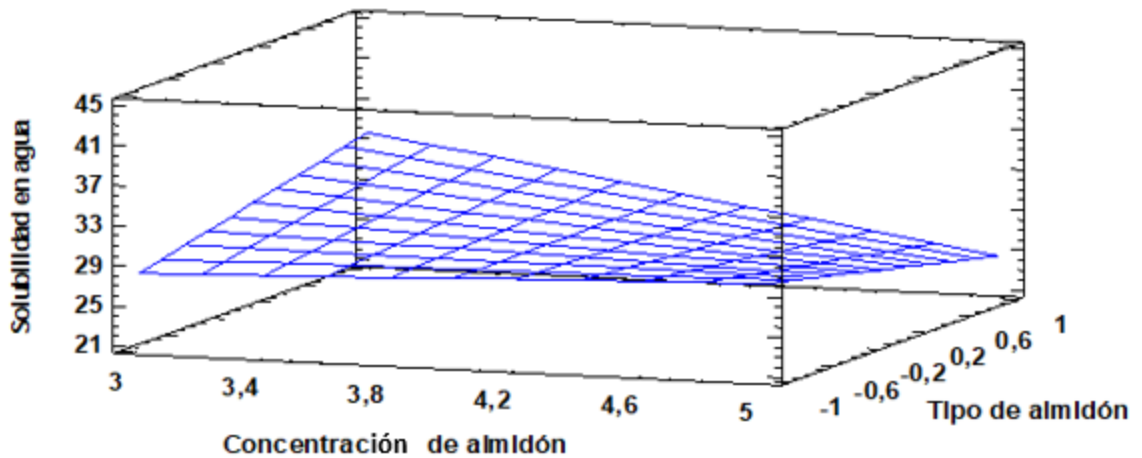


figura 20 Superficie de respuesta estimada de los factores concentración de almidón y tipo de almidón sobre la solubilidad en H<sub>2</sub>O



Fuente: propia

La alta concentración de almidón al esparcirse en la matriz formadora de la película genera mayor compactación haciendo que la difusión del agua hacia el

interior de las películas sea más difícil, por lo que la solubilidad se ve reducida. Sumado a esto, debido a la característica de insolubilidad del  $\text{CaCO}_3$  en agua, su presencia reduce la solubilidad de la película en este medio (Shafiur et al., 2016).

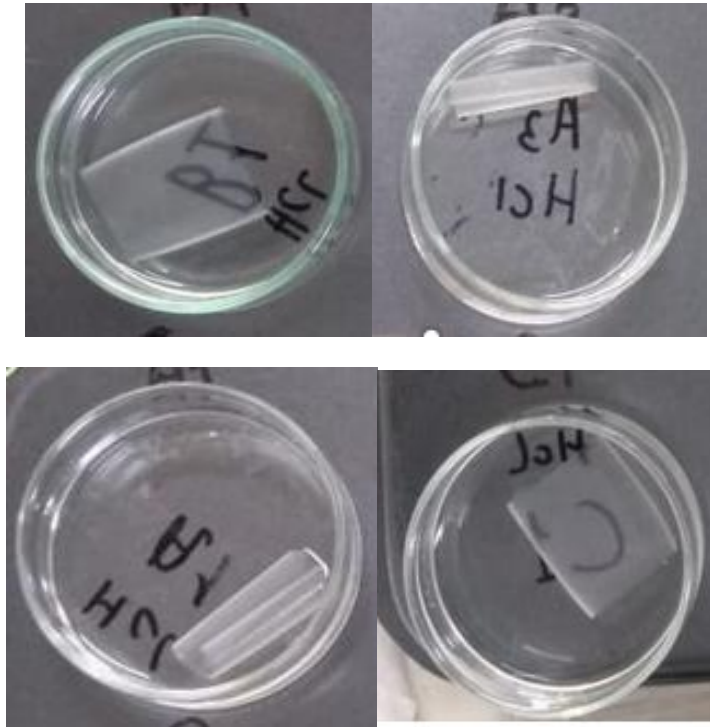
Como se puede observarse en la figura 20, cuando se trabaja con almidón oxidado y niveles altos de concentración de almidón, disminuye la solubilidad de las películas. La disminución de la solubilidad en películas obtenidas a partir de almidón oxidado ha sido reportada en diferentes investigaciones. Este comportamiento es atribuido al aumento de las interacciones entre las moléculas de amilosa, así como los fuertes enlaces intramoleculares promovidos por la oxidación del almidón, lo que reduce la capacidad de la película para absorber agua (Zavareze et al., 2012).

### **3.5. Solubilidad en solución ácida**

Todas las películas mantuvieron su integridad en HCl durante los 15 días de almacenamiento. Los valores altos para la solubilidad indican una menor resistencia al ácido, es decir, mayor porcentaje de cambio registrado. Los resultados para la solubilidad de las películas en soluciones de HCl mostraron que de acuerdo con el ANOVA esta variable respuesta fue afectada significativamente de manera positiva por el factor concentración de  $\text{CaCO}_3$  ( $p=0.0000$ ), junto con su interacción con el tipo de almidón ( $P=0.0352$ ). De manera negativa fue afectada por el factor tipo de almidón ( $P= 0.30019$ ) y la interacción concentración de almidón con concentración de  $\text{CaCO}_3$  ( $P= 0,0458$ ).

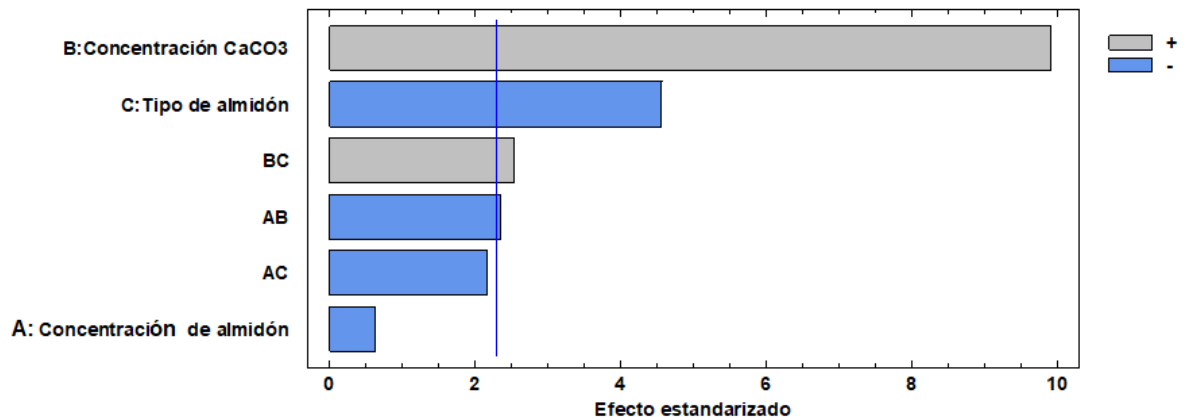


figura 21. Muestras de películas en el ensayo de solubilidad en ácido



Fuente: propia

figura 22. Diagrama de Pareto estandarizada para solubilidad en HCl



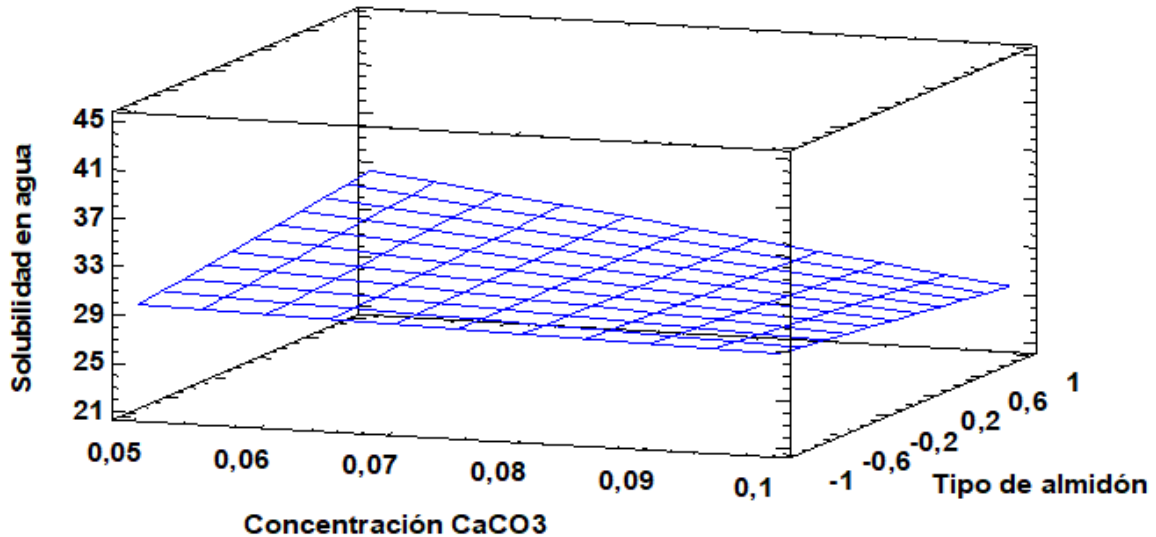
Fuente: propia

El efecto de las interacciones puede observarse en los gráficos de superficie de respuestas, donde puede observarse que las películas obtenidas con almidón oxidado y bajos niveles de CaCO<sub>3</sub> presentan un aumento en el porcentaje de solubilidad, lo que indica mayor solubilidad en medio ácido. Por su parte, los

niveles bajos de concentración de almidón y niveles bajos de concentración de  $\text{CaCO}_3$  disminuyen el valor el porcentaje de cambio en las películas, indicando que reducen la capacidad de la película para solubilizarse en el medio, por lo que a estas condiciones las películas son más estables en medio ácido.

El efecto positivo del  $\text{CaCO}_3$  sobre la solubilidad de las películas en medio ácido es debido a su alta solubilidad en ácido clorhídrico (Muñoz y Sandoval, 2008).

figura 23. Superficie de respuesta estimada concentración de almidón = 4,0



Fuente: propia

## **CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.**

El almidón de batata Aurora nativo o modificado por oxidación es una buena materia prima para la obtención de películas consistentes. La adición de  $\text{CaCO}_3$  como material de relleno, la concentración de almidón empleada, así como el tipo de almidón afectan las propiedades mecánicas de las películas obtenidas. La tensión a la fractura y el módulo de Young se disminuyen al aumentar las concentraciones de los factores cuando se emplea almidón oxidado. Por otra parte, se pueden obtener películas altamente flexibles a niveles altos de almidón oxidado y  $\text{CaCO}_3$ . La incorporación de  $\text{CaCO}_3$  disminuye la luminosidad produciendo películas más opacas lo cual se refleja mayormente en las películas obtenidas con almidón nativo. Las películas obtenidas a partir de almidón de batata Aurora nativo o almidón oxidado con adición de  $\text{CaCO}_3$  presentan una baja solubilidad en agua y en soluciones ácidas, por lo que podrían ser empleadas para el recubrimiento de vegetales mínimamente procesadas o bosas tipo sachet para el envasado de diferentes productos.

De acuerdo con los resultados obtenidos, se recomienda continuar profundizando en el estudio de la aplicación de películas comestibles a base de los componentes evaluados en esta investigación.

## **BIBLIOGRAFIA**

- Abdul, H., Et al. (2018). Microbial-induced CaCO<sub>3</sub> filled seaweed-based film for green plasticulture application. *Journal of Cleaner Production* 199 (2018) 150-163.
- Alotaibi, S., Tahergorabi, R. (2018). Development of a sweet potato starch-based coating and its effect on quality attributes of shrimp during refrigerated storage. *LWT - Food Science and Technology* (88), 203–209.
- Álzate, E., Dumar, V., Aguirre, J. (2013). Determinación de las propiedades térmicas y composicionales de la harina y almidón de chachafruto (*Erutina Edulis Triana Ex Micheli*). *Revista Temas Agrarios*, vol 18, 21-35.
- Arvanitoyannis, I. S., & Kassaveti, A. (2009). Starch–cellulose blends. In L. Yu (Ed.), *Biodegradable polymer blends and composites from renewable resources* (pp. 19–53). New York: Wiley.
- Ballesteros-Mártinez, L., Pérez-Cervera, C., & Andrade-Pizarro, R. (2020). Effect of glycerol and sorbitol concentrations on mechanical, optical, and barrier properties of sweet potato starch film. *NFS journal*, 20, 1-9.
- Bangar, S. P., Whiteside, W. S., Ashogbon, A. O., & Kumar, M. (2021). Recent advances in thermoplastic starches for food packaging: A review. *Food Packaging and Shelf Life*, 30, 100743.
- Campos, C., Gerschenson, L., Flores, S. (2011). Development of edible films and coating with antimicrobial activity. *Food Bioprocess Technol*, vol. 4, 849-875.

- Daiuto, Érica & Cereda, Marney & Sarmento, Silene & Vilpoux, Olivier. (2005). Effects of Extraction Methods on Yam (*Dioscorea alata*) Starch Characteristics. *Starch - Stärke*. 57. 153 - 160. 10.1002/star.200400324.
- Fama, L., Goyanes, S., & Gerschenson, L. (2007). Influence of storage time at room temperature on the physicochemical properties of cassava starch films. *Carbohydrate Polymers*, 70, 265–273.
- Fang, J. M., P. A. Fowler, J. Tomkinson, and C. A. S. Hill. 2002. The preparation and characterization of a series of chemically modified potato starches. *Carbohydr. Polym.* (47) 245-252.
- Flórez, D. H., Contreras, C. A., Uribe C.P. (2016) Perspectivas tecnológicas y comerciales para el cultivo de la batata en Colombia. Corporación Colombiana de Investigación Agropecuaria (Corpoica).
- Fonseca, L.M., Henkes, A., Bruni, G., Viana, L.A., De Moura, C., Flores, W.H., Galio, A.F. (2018). Fabrication and Characterization of Native and Oxidized Potato Starch Biodegradable Films. *Food Biophysics*, 1-12.
- Gao, W., Dong, H. Z., Hou, H. X., & Zhang, H. (2012). Effects of clays with various hydrophilicities on properties of starch-clay nanocomposites by film blowing. *Carbohydrate Polymers*, 88, 321-328.
- Goheen, S. M., and R. P. Wool. (1991). Degradation of polyethylene-starch blends in soil. *J. Appl. Polym. Sci.* (42), 2691- 2701.
- Guifang, H., Jingyuan, C., Jianping, G., (2009). Preparation and characteristics of oxidized potato starch films. *Carbohydrate Polymers* 76,291–298.
- Gutierrez, T. J., Perez, E., Guzman, R., Tapia, M. S., & Fama, L. (2014a). Functional properties of native and modified by crosslinking, dark-cush-cush

- yam and cassava starches. *Journal of Polymer and Biopolymer Physics Chemistry*, 2(1), 1–5.
- Gutiérrez, T.J., Tapia, M.S., Pérez, E., and Famá, L. (2015). Structural and mechanical properties of edible films made from native and modified cushcush yam and cassava starch, *Food Hydrocolloids*, 45, 211–217.
- Grylewicz, A., Spychaj, T., & Zdanowicz, M. (2019). Thermoplastic starch/Wood biocomposites processed with deep eutectic solvents. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 121, 517–524.
- Hatakeyama, T. (1999) *Thermal Analysis: fundamentals and applications to polymer science*. (2da Ed.) Chichester, Nueva York: Wiley.
- Hernández-Medina, M., Torruco, J., Guerrero, L., y Betancur, D. (2008). Caracterización fisicoquímica de almidones de tubérculos cultivados en Yucatán, México. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, 28(3), 718-726.
- Indrianti, N., Pranoto, Y. and Abbas, A. Preparation and Characterization of Edible Films Made from Modified Sweet Potato Starch through Heat Moisture Treatment. (2018).
- Indrianti, N., Pranoto, Y., & Akmadi, A., (2018). Preparation and Characterization of Edible Films Made from Modified Sweet Potato Starch through Heat Moisture Treatment. *Indones. J. Chem.* 18 (4), 679 – 687.
- Issa, A., Salam, A., Ibrahim, Tahergorabi Reza, (2017) Impact of Sweet Potato Starch-Based Nanocomposite Films Activated With Thyme Essential Oil on the Shelf-Life of Baby Spinach Leaves.

- Jay-lin, J., Kasemsuwan, T., Leas, S. IA, A. Zobel, H., IL, D., Robyt, J. F. (1994). Anthology of Starch Granule Morphology by Scanning Electron Microscopy. *Starch/ Stärke*, 46 (4),121-129.
- Jiménez, A. Fabra, M. J., Talens, P., Chiralt, A. (2012). Edible and Biodegradable Starch Films: A Review. *Food Bioprocess Technol*, (5)2058–2076.
- Khalil, H. A., Chong, E. W. N., Owolabi, F. A. T., Asniza, M., Tye, Y. Y., Tajarudin, H. A., ... & Rizal, S. (2018). Microbial-induced CaCO<sub>3</sub> filled seaweed-based film for green plasticulture application. *Journal of Cleaner Production*, 199, 150-163.
- Kester, J. J., & Fennema, O. (1986). Edible films and coatings: A review. *Food Technology*, 40, 47–59.
- Kuakpetoon, D. S., & Wang, Y. J. (2008). Locations of hypochlorite oxidation in corn starches varying in amylose content. *Carbohydrate Research*, 343, 90e100.
- Li, J., Ye, F., Liu, J., and Zhao, G.(2015). Effects of octenylsuccination on physical, mechanical and moisture-proof properties of stretchable sweet potato starch film, *Food Hydrocolloids*, 46, 226–232.
- Ma, L., Xiong, F., Kong, H., Gu, Z., Li, Z., Hong, Y., ... & Li, C. (2021). Moderate vinyl acetate acetylation improves the pasting properties of oxidized corn starch. *Starch-Stärke*, 73(1-2), 2000079.
- Maizura M, Fazilah A, Noriziah M., & Karim A. (2007). Antibacterial activity and mechanical properties of partially hydrolyzed sago starch–alginate edible film containing lemongrass oil. *Journal of Food Science*, 72, 324–330.

- Mali, S., Sakanaka, L.S., Yamashita, F., Grossmann, M.V.E., 2005b. Water sorption and mechanical properties of cassava starch films and their relation to plasticizing effect. *Carbohydrate Polymers*, 60(3), 283–289.
- Mano, J. F., D. Koniarova, and R. L. Reis, (2003). Thermal properties of thermoplastic starch/synthetic polymer blends with potential biomedical applicability. *J. Mater. Sci. –Mater. M.* 14, 127-135.
- Mbey, J. A., Hoppe, S., & Thomas, F. (2012). Cassava starch–kaolinite composite film. Effect of clay content and clay modification on film properties. *Carbohydrate Polymers*, 88(1), 213-222.
- COlugbenga, O., Et al., (2019). Influence of Hu et al., on physicomechanical, thermal properties, and atomic force micrographs of cassava starch bioplastic film. *International Journal of Biological Macromolecules* (135) 282–293.
- Otero, A., Fuentes, L., (2018). Desarrollo de películas comestibles a partir de batata comercial (.).
- Parra, M. (2017). Desarrollo de películas comestibles con incorporación de aceite esencial de anís mediante método de emulsificación. Universidad Técnica Federico Santa María. Chile.
- Pastor, C. (2010). Recubrimientos comestibles a base de hidroxipropil metilcelulosa: caracterización y aplicación (Tesis Doctoral). Departamento de Tecnología de Alimentos. Instituto Universitario de Ingeniería de Alimentos para el Desarrollo. Universidad Politécnica de Valencia. España.



- Pérez, E., y Pacheco, D. (2005). Características químicas, físicas y reológicas de la harina y el almidón nativo aislado de Ipomoea Batatas Lam. *Acta científica venezolana*, 56(1), 9-15.
- Pérez, E., Pacheco, D., y Delahaye, E. (2005). Características químicas, físicas y reológicas de la harina y el almidón nativo aislado de Ipomeas batatas Lam. *Acta Científica Venezolana*, 56(1):12-20.
- Pietrzyk, S., Juszczak, L., Fortuna, T., Łabanowska, M., Bidzińska, E., & Błoniarczyk, K.(2012). The influence of Cu (II) ions on physicochemical properties of potato starch oxidised by hydrogen peroxide. *Starch/Stärke*, 64, 272–280.
- Rivero, S. (2012). Estudio y aplicación de películas activas a base de quitosano. (Tesis Doctoral). Universidad Nacional de La Plata. Argentina.
- Smith, R. J. (1967). Characterization and analysis of starches. In R. L. Whistler & U. F. Pachall (Eds.), *Starch: chemistry and technology* (pp. 620–625). New York: Academic Press.
- Sothornvit, R., & Krochta, J. M. (2000). Plasticizer effect on oxygen permeability of b-lactoglobulin films. *Journal Food Engineering*, 50, 149–155.
- Sun, Q., Xi, T., Li, Y., Xiong, L., Characterization of Corn Starch Films Reinforced with CaCO<sub>3</sub> Nanoparticles. (2014).
- Terassi, G., Mantovan, J. Agnes, M., Mali, S. (2016). Edible, Films based on cassava starch and fructooligosaccharides producedn by Bacillus subtilis natto CCT7712. *Carbohydrate Polymers*. Department of Biochemistry and Biotechnology, 1132-1138. DOI: 10.1016 / j.carbpol.2016.06.081.

- Tharanathan, R. N. (2003). Biodegradable films and composite coatings: Past, present and future. *Trends in Food Science and Technology*, 14, 71–78.
- Thomas, D., y Atwell, W. (1999). Starch Modifications. In: *Starches*. Eagen Press Handbook. USA; pp. 31-48.
- Villada, H., Acosta, H., Velasco, R. (2008). Investigación de almidones termoplásticos, precursores de productos biodegradables. *Información Tecnológica*, vol. 19(2), 3-14.
- Wilhelm H, Sierakowski M, Souza G, Wypych F (2003) Starch films reinforced with mineral clay. *Carbohydrate Polymers*, 52, 101–110.
- Wojeicchowski, J., Andrade, G., Lacera, L., Schnitzler, E., Demiate, I., (2018). Physicochemical, structural and thermal properties of oxidized, acetylated and dual-modified common bean (*Phaseolus vulgaris L.*) starch *Ciência e Tecnologia de Alimentos* 38(1).

## ANEXOS

Tabla de resultados para las variables respuestas según tipo y concentración de almidón y concentración de CaCO<sub>3</sub>.

Factores			Variables respuestas		
Tipo de almidón	Concentración de almidón (% p/p)	Concentración de CaCO <sub>3</sub> (% p/p)	Tensión (Mpa)	Elongación (%)	Módulo de Young's (Mpa)
Nativo	3	0.05	13,88 ± 3,46	4.2 ± 2,58	2689.87 ± 252.95
Nativo	3	0.1	18.85 ± 2,14	3.87 ± 0.79	2672.13 ± 366.5
Nativo	5	0.05	16.42 ± 1.19	3.78 ± 0.72	2647 ± 94.33
Nativo	5	0.1	22.7 ± 5.32	5.31 ± 1.17	3027.96 ± 346.23
Oxidado	3	0.05	21.27 ± 1.99	2.07 ± 0.3	3265.62 ± 55.60
Oxidado	3	0.1	30.41 ± 1.92	2.52 ± 0.22	4170.18 ± 26.27
Oxidado	5	0.05	17 ± 2.89	7.99 ± 2.80	2844.86 ± 325.54
Oxidado	5	0.1	6.41 ± 0.85	36.27 ± 1.33	689.28 ± 194.51