

OPTIMIZACIÓN DE LAS CONDICIONES DE SÍNTESIS EN LA FORMULACIÓN DE PELÍCULAS DE QUITOSANO-ÁCIDO GÁLICO-SORBITOL

Matías A. Raspo^{(1)*}, Giuliano Bulla⁽¹⁾, Cesar G. Gomez^(2,3), Alfonsina A. Andreatta⁽¹⁾

⁽¹⁾ Facultad Regional San Francisco – UTN – CONICET

Av. de la Universidad 501, San Francisco, Córdoba, Argentina.

⁽²⁾ Departamento de Química Orgánica – Facultad de Ciencias Químicas – UNC

Haya de la Torre y Medina Allende, Córdoba, Argentina.

⁽³⁾ Instituto de Investigación y Desarrollo en Ingeniería de Procesos y Química Aplicada (UNC-CONICET)

Av. Vélez Sarsfield 1601, Córdoba, Argentina.

*E-mail: mraspo@sanfrancisco.utn.edu.ar

INTRODUCCIÓN

El reemplazo de envases convencionales derivados del petróleo por otros que sean biodegradables y disminuyan o anulen un efecto adverso al medioambiente, se encuentra en pleno auge. Frente a esto, la generación de nuevos envases más eco-amigables está en constante investigación y desarrollo.

Por otro lado, la generación de nuevos materiales es afectada fuertemente por sus condiciones de síntesis, el origen y estructura química de la matriz polimérica, el plastificante utilizado, y de la sinergia que surge de la integración de los compuestos involucrados. El presente trabajo aborda el estudio de la optimización de las condiciones de síntesis para la preparación de películas de quitosano-ácido gálico-sorbitol, a partir de la generación de gráficos de superficies de respuesta y posterior maximización o minimización de las mismas, con el objetivo de determinar beneficios y desventajas sobre sus propiedades mecánicas, antioxidantes y físicas.

MÉTODOS

Las películas sintetizadas para completar los objetivos planteados de este trabajo fueron obtenidas a partir de la evaporación de agua (método “casting”) a temperatura ambiente de mezclas de reacción que contenían 1% p/p de ácido gálico como principio bioactivo, 3.62% de sorbitol como plastificante y solución de quitosano al 1% p/p como matriz polimérica (Raspo, Gomez, & Andreatta, 2018).

El ensayo DPPH se determinó de acuerdo al procedimiento de Siripatrawan & Harte (2010). La capacidad antioxidante del DPPH de las películas se informó como capacidad antioxidante equivalente en Trolox (TEAC), donde la capacidad antioxidante determinada de la muestra se la comparó con el estándar Trolox. La tensión a

la rotura (TS) y el módulo de Young (E) fueron evaluados utilizando un texturómetro Instron (model 3342, Norwood, MA, USA) equipado con una celda de 500 N y una velocidad de 0,5 mm/s a 25°C. Estos ensayos se llevaron a cabo al menos por triplicado de acuerdo con el método estándar ASTM D882-12 (2012). La tasa de transmisión de vapor de agua (WVT) y la permeabilidad (P) de las películas se determinaron de acuerdo con la norma ASTM E96 / E96M-16 (2016).

El diseño experimental para el desarrollo del presente trabajo se realizó utilizando la Metodología de superficie de respuesta de un modelo de dos factores según el modelo de Doehlert. Este modelo matemático fue seleccionado para identificar la interacción entre las variables de respuesta estudiadas (TPC, DPPH, TS, E, WVT y P) y las variables independientes donde la temperatura se definió como un factor con cinco niveles (30, 40, 50, 60, 70 ° C) y el tiempo como factor con tres niveles (30, 45 y 60 minutos). Los modelos de regresión de cada variable de respuesta estudiada, el análisis estadístico y los gráficos de superficie de respuesta se realizaron con el software Statgraphics Centurion XVI (v16.1, EE. UU.). La superficie de respuesta se estimó a partir de datos experimentales con un intervalo de confianza del 95%.

RESULTADOS

Para establecer las condiciones óptimas de reacción, se llevó a cabo un diseño de experimento a partir de un modelo Doehlert de dos factores (Tiempo y Temperatura). La optimización de las condiciones de síntesis fue llevada a cabo a partir de la maximización de los datos obtenidos para las variables TPC, DPPH y TS, mientras que las variables E, WVT y Permeabilidad fueron minimizadas. Se encontró que las variables estudiadas dentro del modelo presentaron una

correlación superior al 80%, lo cual indica un buen ajuste de los resultados experimentales.

Analizando el comportamiento de las distintas superficies se puede encontrar diferencias y similitudes en los comportamientos de estas a partir de la modificación de las temperaturas y tiempos de reacción. En el caso de TPC, no se observa un gran cambio entre la modificación de dichas condiciones, pero si podemos encontrar el contenido de polifenoles tiende a mantenerse constante con la modificación de la temperatura, pero aumenta con el tiempo, hasta alcanzar un máximo cercano a los 45 minutos, donde luego comienza a decaer nuevamente. En DPPH, el comportamiento es totalmente contrario y marcado. La capacidad antioxidante de la película disminuye con la temperatura a medida que esta aumenta. Esto puede deberse a que se facilita la conjugación de gálico con quitosano, obteniendo así menor cantidad de ácido gálico “libre” para actuar como antioxidante. Las propiedades mecánicas también muestran comportamientos dispares. La tensión a la rotura presenta poca variación en el rango de estudio, pero no así el módulo de Young, obteniéndose un valor mínimo cercano a los 20 MPa cuando el tiempo de reacción se acerca a los 45 minutos. Por último, tanto para WVT como para Permeabilidad, las condiciones propuestas por el modelo son similares, con un mínimo en tiempos cercanos a los 45/50 minutos, y con una disminución con el aumento de la temperatura.

Según el modelo planteado, se encontró que las condiciones óptimas de reacción son de 50 minutos a 60,7°C. En ese punto obtendremos la mayor capacidad antioxidante y las mejores propiedades mecánicas y de barrera.

RESULTADOS

Se puede concluir que tiempos y temperaturas de reacción mayores contribuyen positivamente al mejoramiento de las propiedades físicas y mecánicas de las películas, al volverlas más fuertes y con una permeabilidad menor. Por el contrario, estas variables afectan negativamente a la capacidad antioxidante de la misma, lo cual se asocia a un mayor grado de entrecruzamiento covalente entre GA y CS. Claramente existe una relación de compromiso entre la condición de síntesis utilizada y las propiedades finales del material sintetizado. La evidencia obtenida a partir de los resultados alcanzados resulta ser prometedora para la aplicación de este tipo de películas como material de envase o cobertura para alimentos en un futuro cercano.

REFERENCIAS

- ASTM. (2012). Standard Test Method for Tensile Properties of Thin Plastic Sheeting. West Conshohocken, PA: ASTM International. Retrieved from www.astm.org
- ASTM. (2016). Standard Test Methods for Water Vapor Transmission of Materials. West Conshohocken, PA: ASTM International. Retrieved from www.astm.org
- Raspo, M. A., Gomez, C. G., & Andreatta, A. E. (2018). Optimization of antioxidant, mechanical and chemical physical properties of chitosan-sorbitol-gallic acid films by response surface methodology. *Polymer Testing*, 70, 180–187. <https://doi.org/10.1016/j.polymeresting.2018.07.003>
- Siripatrawan, U., & Harte, B. R. (2010). Physical properties and antioxidant activity of an active film from chitosan incorporated with green tea extract. *Food Hydrocolloids*, 24(8), 770–775. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2010.04.003>

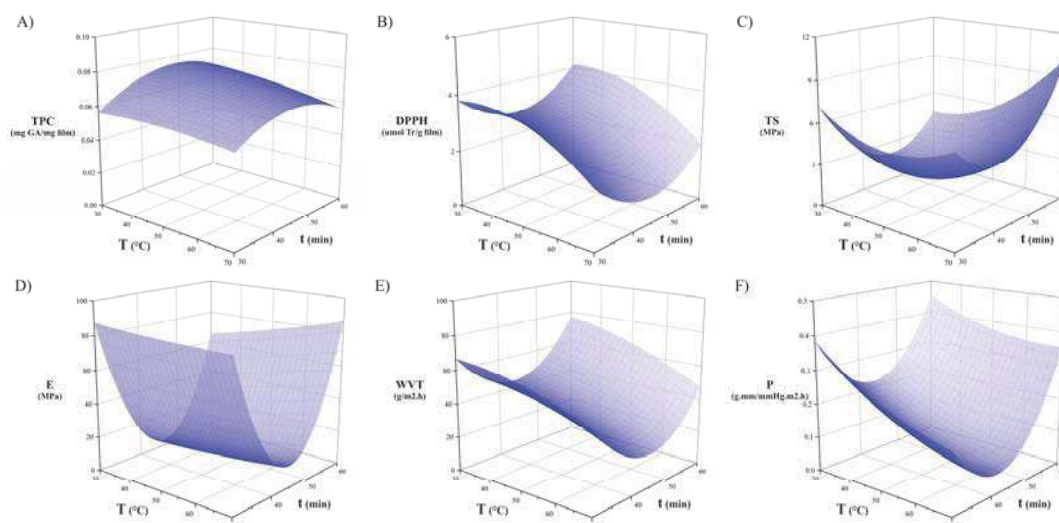


Fig. 1. Gráficos de superficie de respuesta de TPC (A), DPPH (B), resistencia a la tracción (C), módulo de Young (D), velocidad de transmisión de vapor de agua (E) y permeabilidad (F) que muestra el efecto combinado de temperatura y tiempo en la preparación de reacción de quitosano-ácido gálico-sorbitol para la obtención de películas.