



Efecto del método de formación de complejos de inclusión en la obtención de prototipos de empaques activos y sostenibles para la industria alimentaria

BAJO LA OPCIÓN:
TESIS

PARA OBTENER EL TÍTULO DE:
INGENIERA QUÍMICA

PRESENTA:
TANYA ACOSTA AYALA

ASESOR:
M. en C. FILEMON MONZALVO LICONA

SINODALES:
M. en C. MARTHA ANGÉLICA CALVA RAMÍREZ
M. en C. RUBÉN VÁZQUEZ ZUÑIGA

Pachuca de Soto, Hgo. MAYO 2024

89 páginas





Pachuca de Soto, Hidalgo, **15 /Abril/2024**

No. de oficio: **DIQyB-028-2024**

Asunto: **ACEPTACIÓN DE TEMA Y OPCIÓN**

**C. TANYA ACOSTA AYALA
PRESENTE**

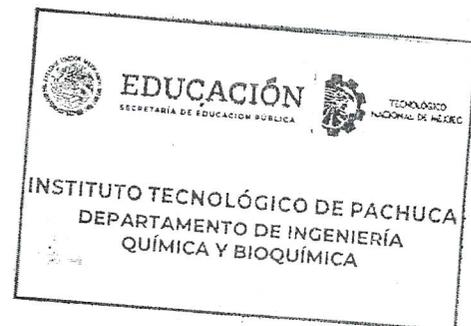
Con el presente me permito informarle que el tema **Efecto del método de formación de complejos de inclusión en la obtención de prototipos de empaques activos y sostenibles para la industria alimentaria** ha sido **ACEPTADO** para ser presentado por la **OPCIÓN I TESIS PROFESIONAL** contemplada en la normatividad vigente para tal efecto.

Lo anterior se le ha designado como **ASESOR** al M. en C. **FILEMÓN MONZALVO LICONA** y como comisión revisora a la M. en C. **MARTHA ANGÉLICA CALVA RAMÍREZ** y M. en C. **RUBÉN VÁZQUEZ ZÚÑIGA**. Una vez hecha la revisión final se liberará por dicho comité para su impresión y proceder a sustentar al **ACTO DE RECEPCIÓN PROFESIONAL**

ATENTAMENTE

Excelencia en Educación Tecnológica®
"El Hombre Alimenta el Ingenio en Contacto con la Ciencia"


DRA. ALEJANDRA FLETES GÓMEZ
JEFA DEL DEPTO. DE ING. QUÍMICA Y BIOQUÍMICA



c.c.p. archivo
AFG/bfa



Carretera México – Pachuca Km. 87.5, Col. Venta Prieta C.P. 42083 Pachuca de Soto, Hidalgo. Tels. 771 7113073, 771 7113596, 771 7113140, 771 7115119 y 771 7113399
e-mail: ciquimica@pachuca.tecnm.mx | tecnm.mx



2024
Felipe Carrillo
PUERTO
MANIFIESTA SU PRESUNCIÓN
SIN SOLUCIONAR Y ESTADOS
DEL MUNDO

Pachuca de Soto, Hgo., a 13 de Mayo de 2024
Oficio No. DIQyB/028/2024

Asunto: Liberación de Proyecto para Titulación

C. TANYA ACOSTA AYALA
No. de Control: 18201155
Egresado del Programa Educativo de Ingeniería Química y Bioquímica
PRESENTE

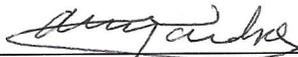
Por este medio informo que ha sido liberado el siguiente proyecto para la titulación integral:

Nombre del proyecto:	Efecto del método de formación de complejos de inclusión en la obtención de prototipos de empaques activos y sostenibles para la industria alimentaria
Producto:	OPCION I TESIS PROFESIONAL

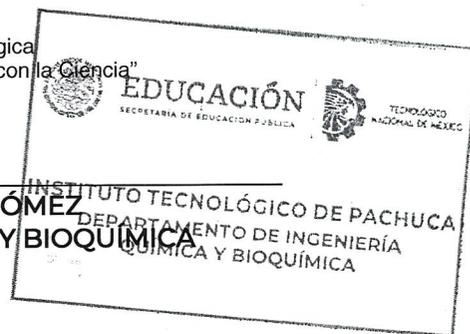
Agradezco de antemano su valioso apoyo en esta importante actividad para la formación profesional de nuestros egresados.

ATENTAMENTE

Excelencia en Educación Tecnológica
"El Hombre Alimenta el Ingenio en Contacto con la Ciencia"



DRA. ALEJANDRA FLETES GÓMEZ
JEFA DEL DEPTO. DE ING. QUÍMICA Y BIOQUÍMICA



c.c.p.- Expediente.
AFC/bfa



Carretera México - Pachuca Km. 87.5, Col. Venta Prieta C.P. 42083 Pachuca de Soto, Hidalgo. Tels. 771 7113073, 771 7113596, 771 7113140, 771 7115119 y 771 7113399



Agradecimientos técnicos

Al Centro de investigación de Química Aplicada (CIQA) por permitirme realizar mi residencia profesional y facilitarme la infraestructura y material para la realización de la parte experimental del presente trabajo. Así como el apoyo de beca para el sustento de mi estadía durante la realización de esta tesis.

Al Instituto Tecnológico de Pachuca (ITP) por permitirme realizar mi residencia profesional en este lugar, de igual forma por fomentar mi desarrollo profesional.

Al laboratorio Nacional en Innovación y Desarrollo de materiales Ligeros para la Industria Automotriz (LANIAUTO) del CONACYT con el número de proyecto 321156, por aportar el financiamiento y desarrollo de esta tesis.

Al Laboratorio Central de Instrumentación de Analítica y al Laboratorio Nacional de Materiales Grafenicos con el número de proyecto 321244, por facilitar la infraestructura necesaria para la realización de la parte experimental del presente trabajo.

Al Dr. Ernesto Hernández Hernández por permitirme entrar al CIQA y ser parte del equipo de trabajo LANIAUTO. Así como por su gran interés en mi desarrollo profesional y personal.

Al M. en C. Aldrin Trejo Montufar por darme la oportunidad de conocer CIQA y facilitar el contacto con el Dr. Ernesto Hernández Hernández.

A la Dra. Pamela Celeste Flores Silva por darme la oportunidad de trabajar con el presente proyecto de tesis. Por todo su apoyo, consejos, paciencia, capacitación en el uso de equipos y conocimiento brindado a lo largo del desarrollo de esta tesis. De igual forma, por su gran interés por mi desarrollo intelectual, profesional y personal.

Al Dr. Israel Sifuentes Nieves por su apoyo en la realización de los análisis TGA y DSC de los complejos de inclusión y las películas activas. Así como por el conocimiento brindado a lo largo del desarrollo de esta tesis y acerca de los análisis TGA y DSC.

Al M. en C. Filemón Monzalvo Licona por bríndame su asesoramiento para el desarrollo de la residencia profesional, así como para el presente proyecto de tesis de licenciatura.

Al Dr. Jesús Francisco Lara Sánchez por su apoyo en los equipos de extrusión y moldeo por compresión. Así como por sus consejos y por facilitar el material necesario para la realización de la parte experimental de la presente tesis.

Al Dr. Pablo Gonzáles Morones por su asesoramiento y capacitación en el uso del programa OriginPro, para la realización de los gráficos FTIR, TGA y DSC. Así como el curso de SCFINDER.

Al Dra. Zureima García Hernández por facilitarme el equipo de protección y los materiales necesarios para la experimentación durante el desarrollo de esta tesis.

Al Dr. José Francisco Hernández Gámez por su apoyo en el equipo de extrusión y obtención de los pellets para la elaboración de las películas activas del presente proyecto de tesis.

Al Dr. Víctor J. Cruz Delgado por su apoyo y asesoramiento en la obtención de las películas activas por moldeo por compresión.

A la Dra. Lizet García Salazar por su apoyo en la medición del color en las pruebas de análisis de vida de anaquel de los empaques activos.

A la Dra. Yolanda Ortega Ortega y al Dr. Roberto Yáñez Macías por facilitar el equipo de medición necesario para las pruebas de análisis de vida de anaquel del presente proyecto de tesis.

A la I.Q. Guadalupe Méndez Padilla y a la M. en C. Myrna Salinas Hernández por su apoyo en la realización de los análisis TGA y DSC de los complejos de inclusión y las películas activas.

A la Dra. Julieta Sánchez Salazar por su apoyo en la capacitación del uso del equipo de espectroscopia infrarroja.

A la Q.F.B. Bertha Alicia Puente Urbina por su apoyo en la capacitación del uso del equipo de difracción de rayos X.

A la I.Q. Miriam Lozano Estrada por su apoyo en la realización del análisis SEM de las películas activas.

Al Ing. Adán Herrera Guerrero por su apoyo en la realización del análisis de las propiedades mecánicas del empaque activo.

Al Lic. Daniel Alejandro Alvarado Medrano por su apoyo en la instalación de los programas OriginPro y Mendeley para la realización de los gráficos presentes en esta tesis.

Al Ing. Jesús Gilberto Rodríguez Velázquez por el apoyo en el acondicionamiento de material utilizado en las pruebas de biodegradabilidad de las películas activas.

Agradecimientos personales

A Dios por bendecirme y guiarme en todo momento, por permitirme cumplir una meta más en mi vida, por darme la fortaleza para culminar este proyecto y todos los retos que se me han presentado a lo largo de mi vida y por bendecirme con la dicha de pertenecer a una hermosa familia que me apoya en todo momento.

A mis padres por su grande amor, apoyo, educación y consejos que me han brindado a lo largo de mi vida, porque sin ellos no habría logrado todo esto. Por ser un gran ejemplo a seguir, no me alcanzarían las palabras para agradecerles, siempre voy a estar en deuda con ustedes, los amo.

A mi madre Nancy Ayala Vargas, por su amor incondicional, por ser mi guía y apoyo de cada día, por enseñarme tanto sobre la vida, por estar cuando nadie más esta, por cuidarme en todo momento y ayudarme a salir adelante cuando intente rendirme, por apoyarme en todas mis decisiones y sobre todo por creer en mí.

A mi padre Miguel Ángel Acosta García, por ser un padre tan amoroso, por apoyarme cuando más lo necesito, por cuidarme y guiarme en cada etapa de mi vida, por sus consejos y amor incondicional, por creer en mí y apoyarme en cada una de mis decisiones, por jamás dejarme sola, por nunca rendirte y por velar por el bien de nuestra familia.

A mi hermana Arely Daiana Acosta Ayala por su grande amor, por creer en mí, por no dejarme sola, por ser mi motivación para no rendirme y seguir adelante para ser un ejemplo de bien para ella.

A mis abuelos Rosa García Escamilla, Juan Ayala Miguel y Ma. Concepción Vargas Cervantes por su grande amor, por cuidarme siempre, por sus consejos, apoyarme, por sus bendiciones y por creer en mí.

A mi novio Juan Alfonso Alamilla Hernández por su amor y su apoyo incondicional en todo momento, por preocuparse por mí y estar siempre en todos los momentos cuando más lo he necesitado, porque él ha sido y es de gran importancia en mi vida y desarrollo profesional.

A mis amigas Ale, Cris, Jaz y Caro por su apoyo a lo largo de mi desarrollo profesional, por escucharme, apoyarme y por todos los momentos de risas y tristezas que vivimos juntas.

Contenido

Agradecimientos técnicos	i
Agradecimientos personales.....	iv
Índice de figuras	viii
Índice de tablas.....	xii
Abreviaturas y simbología	xiii
Resumen.....	xiv
Capítulo 1. Generalidades	1
1.1 Introducción	1
1.2 Justificación	2
1.3 Hipótesis	2
1.4 Objetivos.....	3
1.4.1 General.....	3
1.4.2 Específicos	3
Capítulo 2. Antecedentes.....	4
2.1 Empaques activos.....	4
2.1.1 Tipos de empaques activos	4
2.1.2 Tipos de empaques activos de acuerdo al tipo de agente utilizado	6
2.2 Ciclodextrinas	7
2.2.1 Tipos de ciclodextrinas	7
2.2.2 Estructura y propiedades de las ciclodextrinas	8
2.2.3 Consideraciones toxicológicas de las ciclodextrinas.....	9
2.2.4 Aplicación de las ciclodextrinas en el envasado de alimentos.....	9
2.3 Formación de complejos de inclusión Ciclodextrinas-huésped.....	11
2.3.1 Mecanismo de encapsulación.....	11
2.3.2 Métodos de para la producción de los complejos de inclusión.....	14
2.4 Aceites esenciales.....	18
2.4.1 Aceite esencial de clavo.....	18
2.4.2 Aplicaciones de los aceites esenciales en la industria alimentaria	21

2.5	Polímeros en el envasado de alimentos	22
2.5.1	Propiedades funcionales de los empaques de alimentos.....	22
2.5.2	Clasificación de los polímeros	23
2.5.3	Poli (adipato-co-tereftalato de butileno) (PBAT).....	25
2.6	Incorporación de los complejos de inclusión en una matriz polimérica	27
2.7	Pruebas de almacenamiento de productos frutihortícolas	28
Capítulo 3. Metodología.....		30
3.1	Materiales.....	30
3.2	Metodología	30
3.2.1	Producción de los complejos de inclusión de β -ciclodextrinas.....	30
3.2.2	Producción de películas activas.....	33
3.2.3	Diseño del prototipo del empaque activo	35
3.3	Técnicas de caracterización	36
3.3.1	Caracterización térmica	36
3.3.2	Análisis de espectroscopia infrarroja (FTIR).....	38
3.3.3	Análisis de difracción de rayos X (XRD).....	39
3.3.4	Análisis de microscopía electrónica de barrido (SEM).....	40
3.4	Evaluación de las propiedades mecánicas de las películas activas	41
3.5	Pruebas de biodegradabilidad de las películas activas	42
3.6	Análisis de la vida de anaquel de arándanos azules en el empaque activo.....	44
3.6.1	Peso.....	44
3.6.2	Sabor.....	44
3.6.3	Color	45
3.6.4	Diámetro	46
3.6.5	Aspecto visual	47
Capítulo 4. Presentación y discusión de los resultados		48
4.1	Caracterización de β -CD, EOCl y los complejos de inclusión IC-U y IC-K.....	48
4.1.1	Análisis de espectroscopia infrarroja (FTIR).....	48
4.1.2	Análisis de difracción de rayos x (XRD).....	50
4.1.3	Análisis de microscopía electrónica de barrido (SEM)	51

4.1.4 Caracterización térmica	53
4.2 Caracterización de las películas activas y el empaque activo	56
4.2.1 Caracterización térmica	56
4.2.2 Análisis de espectroscopia infrarroja (FTIR).....	59
4.2.3 Análisis de difracción de rayos X (XRD).....	60
4.2.4 Análisis de microscopía electrónica de barrido (SEM)	61
4.2.5 Propiedades mecánicas	63
4.2.6 Pruebas de biodegradabilidad	64
4.3 Análisis de resultados de las pruebas de almacenamiento de arándanos azules en el empaque activo	66
4.3.1 Análisis del peso.....	66
4.3.2 Análisis del sabor	68
4.3.3 Análisis del color.....	70
4.3.4 Análisis del diámetro	72
4.3.5 Análisis del aspecto visual	73
4.4 Mecanismo propuesto.....	76
Conclusiones	80
Trabajo a futuro	81
Referencias Bibliográficas	82

Índice de figuras

<i>Núm.</i>	<i>Título</i>	<i>Pág.</i>
2.1	Representación esquemática del envasado activo. Modificado de (Velázquez-Contreras <i>et al.</i> , 2021).....	5
2.2	Agentes activos típicos utilizados en empaques de alimentos.....	6
2.3	Estructura tridimensional de la ciclodextrina, mostrando su la distribución de los grupos hidroxilos y glicosídicos.....	7
2.4	Estructuras químicas para (A) α -ciclodextrinas, (B) β -ciclodextrinas y (C) γ -ciclodextrinas (Velázquez-Contreras <i>et al.</i> , 2021).....	7
2.5	Dimensiones de α -Ciclodextrinas, β -Ciclodextrina y γ -Ciclodextrina.....	8
2.6	Esquemas de las distintas estructuras cristalinas de en los complejos de inclusión con ciclodextrinas a) jaula, b) capa, c) canal (Martínez & Gómez, 2007).....	8
2.7	Representación gráfica del mecanismo de formación de un complejo de inclusión.....	11
2.8	Estequiometria de complejos de complejos de inclusión de ciclodextrina.....	13
2.9	Formación de un microchorro líquido durante el colapso de una burbuja cerca de una superficie extendida (Devine, 1993).....	18
2.10	Estructura química de los principales compuestos presentes en el aceite esencial de clavo (Haro-González <i>et al.</i> , 2021).....	19
2.11	Propiedades de los materiales de envasado de los alimentos.....	22
2.12	Ejemplos de polímeros no biodegradables.....	24
2.13	Clasificación y ejemplos de los polímeros biodegradables.....	25
2.14	Diagrama esquemático de síntesis de PBAT (Jian <i>et al.</i> , 2020).....	26
2.15	Extrusión para la obtención de películas activas. Modificado de (Wang <i>et al.</i> , 2022).....	28
3.1	Equipo utilizado para la producción de complejos de inclusión por el método de ultrasonido.....	31
3.2	Complejos de inclusión obtenidos por el método de ultrasonido (IC-U).....	32
3.3	Método de amasado para la producción de los complejos de inclusión (IC-K)...	32

3.4	Complejos de inclusión obtenidos por el método de amasado (IC-K).....	33
3.5	Extrusor de doble tornillo Brabender.....	33
3.6	Filamentos obtenidos durante la extrusión a) PBAT b) PBAT-BCD c) PBAT-IC-U d) PBAT-IC-K.....	34
3.7	Pellets obtenidos de las muestras a) PBAT b) PBAT-BCD c) PBAT-IC-U d) PBAT-IC-K.....	34
3.8	Prensa hidráulica PHI (Q230M).....	35
3.9	Muestras de las películas activas a) PBAT b) PBAT-βCD c) PBAT-IC-U d) PBAT-IC-K.....	35
3.10	Prototipos de empaques activos a) PBAT b) PBAT-BCD c) PBAT-IC-U d) PBAT-IC-K.....	36
3.11	Equipo TGA Q500 (TA Instruments, EE. UU.).....	37
3.12	Equipo DSC-Q2000 (TA Instruments, New Castle, EE. UU.).....	38
3.13	Espectrofotómetro de infrarrojo Thermo Nicolet modelo IS-50.....	39
3.14	Difractómetro Siemens modelo D5000.....	40
3.15	Microscopio electrónico de barrido JEOL JCM6000.....	41
3.16	Máquina de ensayo de tracción Instron, modelo 4301.....	42
3.17	Muestras de las películas activas en compostaje.....	43
3.18	Composta de las películas activas.....	43
3.19	Arándanos azules en los empaques activos PBAT, PBAT-BCD, PBAT-IC-U y PBA T-IC-K.....	44
3.20	Refractómetro (Atago Hand-held Refractometer N-1).....	45
3.21	Potenciómetro (Termo Scientific, Orion).....	45
3.22	Estándar C.I.E.L*a*b*.....	46
3.23	Espectrofotómetro portátil ColorEyE modelo XTH.....	46
3.24	Instrumento de medición vernier Mitutoyo.....	47
3.25	Escala de deshidratación visual.....	47
3.26	Severidad de pudrición (Defilippi <i>et al.</i> , 2020).....	47
4.1	Espectros FTIR de las muestras de β-CD, IC-U, IC-K y EOCl.....	49
4.2	Difractogramas de β-CD y de los complejos de inclusión β-CD-Cl-U y β-CD-Cl- K.....	51

4.3	Micrografías SEM de a) β -CD x500, b) β -CD x1000, d) IC-U x500, e) IC-U x1000, f) IC-K x500 y d) IC-K x1000.....	52
4.4	Representación gráfica de la sustitución de moléculas de agua en la cavidad de la ciclodextrina por una molécula huésped apolar (Astray <i>et al.</i> , 2009).....	54
4.5	Termogramas (TGA) de muestras de complejos de inclusión a) Pérdida de peso, b) Derivada de la pérdida de peso.....	54
4.6	Termogramas DSC de las muestras EOC1, β -CD, IC-U y IC-K.....	56
4.7	Termogramas (TGA) de películas a) Pérdida de peso, b) Derivada de la pérdida de peso.....	57
4.8	Termogramas de a) cristalización (enfriamiento) y de b) fusión (segundo calentamiento) de películas activas.....	59
4.9	Espectros FTIR de películas activas.....	60
4.10	Difractogramas de muestras de las películas activas.....	61
4.11	Micrografías SEM de a) PBAT 200x, b) PBAT 5000x, c) PBAT- β CD 200x, d) PBAT- β CD 5000x, e) PBAT-IC-U 200x, f) PBAT-IC-UT 5000x, g) PBAT-IC-K 200x y h) PBAT-IC-K 5000x.....	62
4.12	Cambio en la apariencia de las diferentes muestras en compostaje durante 95 días.....	65
4.13	Grado de desintegración de las muestras PBAT, PBAT-BCD, PBAT-IC-U y PBAT-IC-U durante 95 días.....	66
4.14	% de pérdida de peso de muestras de arándanos azules almacenadas en a) refrigeración (1 °C) b) temperatura ambiente (25 °C).....	67
4.15	Contenido de sólidos solubles de las muestras de arándanos azules almacenadas en los empaques activos en a) refrigeración y b) temperatura ambiente.....	69
4.16	% de pérdida de diámetro de muestras de arándanos azules almacenadas en a) refrigeración (1 °C) b) temperatura ambiente (25 °C).....	73
4.17	Aspecto visual de muestras almacenadas en refrigeración (1 °C).....	75
4.18	Aspecto visual de muestras almacenadas en temperatura ambiente (25 °C).....	76
4.19	Aspecto visual de muestras almacenadas en su empaque convencional (6 °C)..	76
4.20	Organización molecular de los complejos de inclusión producidos por ambos métodos.....	77

4.21	Mecanismo de acción de los empaques activos en la conservación de los arándanos azules.....	79
------	---	----

Índice de tablas

<i>Núm.</i>	<i>Título</i>	<i>Pág.</i>
2.1	Propiedades físicas y químicas de las ciclodextrinas naturales.....	9
2.2	Ventajas y desventajas de los métodos de producción de los IC.....	15
2.3	Investigaciones de la aplicación del método de ultrasonido en la formación de complejos de inclusión de ciclodextrinas.....	16
2.4	Investigaciones de la aplicación del método de ultrasonido en la formación de complejos de inclusión de ciclodextrinas.....	17
2.5	Aplicaciones del aceite esencial de clavo en la industria alimentaria.....	21
4.1	Propiedades térmicas de las muestras EOCl, β -CD, IC-U y IC-K	55
4.2	Propiedades térmicas y grado de cristalinidad de las películas activas.....	58
4.3	Propiedades mecánicas de las películas activas.....	64
4.4	Color de muestras de arándanos azules almacenadas en los empaques desarrollados en refrigeración.....	71
4.5	Color de muestras de arándanos azules almacenadas en los empaques desarrollados a temperatura ambiente.....	72

Abreviaturas y simbología

CD: Ciclodextrina

β -CD: β -Ciclodextrina

PBAT: Tereftalato de adipato de polibutileno

FTIR: Espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier

XRD: Difracción de rayos X

SEM: Microscopia electrónica de barrido

TGA: Análisis de termo gravimetría

DSC: Calorimetría diferencial de barrido

YM: Modulo de Young

%E: Punto de fractura

TS: Tensión

Tg: Temperatura de transición vítrea

Tc: Temperatura de cristalización

Tf: Temperatura de fusión

Xc: Porcentaje de cristalinidad

L*: Luminosidad

A*: Saturación

B*: Tono

TSS: Contenido de solidos solubles

Resumen

Actualmente, los sistemas de embalaje convencional provocan problemas como el desperdicio de residuos plásticos debido a su naturaleza no biodegradable y la pérdida de alimentos, al no tener la capacidad de conservar la calidad de los alimentos durante un periodo largo de tiempo. Una solución para disminuir estos problemas, es el desarrollo de empaques activos sostenibles. Se formularon complejos de inclusión (*IC*) de aceite esencial de clavo (*EOCI*) y β -ciclodextrinas (β -*CD*), producidos por los métodos de ultrasonido y amasado. Los *IC* se adicionaron al 3% en una matriz biodegradable de *PBAT* por extrusión. Posteriormente se obtuvieron películas activas y prototipos de bolsas activas por moldeo por compresión. Se evaluaron las propiedades estructurales (FTIR, XDR), morfológicas (SEM) y térmicas (TGA, DSC) de los complejos de inclusión (*IC*) y de las películas activas. Además, se evaluaron las propiedades mecánicas, y funcionales de los empaques activos por medio de un análisis de la vida de anaquel de arándanos azules y de biodegradabilidad (compostaje).

Los análisis FTIR, SEM y TGA demostraron la formación exitosa de los complejos de inclusión por ambos métodos, sin embargo, el método de ultrasonido resulto ser el más efectivo. Los análisis TGA y SEM de las películas activas demostraron la presencia de los *IC* en la matriz polimérica y una buena dispersión. Los empaques activos con *IC* demostraron ser efectivos para la conservación de arándanos azules. Sin embargo, el empaque con *IC* producidos por ultrasonido fue más eficiente en alargar la vida de anaquel de arándanos azules. Los resultados muestran que los empaques activos sostenibles son una buena alternativa para remplazar el uso de los empaques sintéticos convencionales.

Capítulo 1 . Generalidades

En este capítulo se presentan las generalidades que sustentan al presente proyecto de tesis de licenciatura (introducción, justificación, hipótesis y objetivos), las cuales son fundamentales para la comprensión de dicho proyecto.

1.1 Introducción

A lo largo del tiempo los empaques plásticos han sido utilizados ampliamente por la industria alimentaria para asegurar la calidad e higiene de sus productos, ya que éstos proporcionan una barrera protectora, garantizan un transporte y almacenamiento seguro de los alimentos, y protegen la seguridad alimentaria del consumidor.

No obstante, estos empaques no poseen la capacidad de conservar la calidad de los alimentos por mucho tiempo, es decir no proporcionan una larga vida útil de los productos, lo que ocasiona que sean desechados en grandes cantidades. En 2022, la Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y la Agricultura (FAO) estimó un desperdicio global de 1,300 millones de toneladas de alimentos anuales. Además, el Programa de las Naciones Unidas para el Medio Ambiente (PNUMA) calcula que entre el 8% y el 10% de las emisiones mundiales de gases de efecto invernadero están asociadas a alimentos que nunca se consumieron (FAO, 2023).

Otro problema relacionado a esto es el uso de empaques no biodegradables, debido a que se considera que son de un solo uso y se desechan después de haber sido utilizados una vez para su propósito, contribuyendo así a la contaminación por residuos plásticos. De acuerdo con el PNUMA se producen entre 100 y 150 millones de toneladas de plástico para fines de un solo uso (PNUMA, 2021). Es por esto que encontrar una alternativa que cumpla con las funciones de un empaque común y que tenga un enfoque sostenible es de suma importancia para investigación.

En este proyecto se busca contribuir a la reducción de estos problemas, elaborando un prototipo de un empaque activo biodegradable formulado a base de un biopolímero biodegradable, el tereftalato de adipato de polibutileno (PBAT), que contenga compuestos

naturales no tóxicos como el aceite esencial de clavo (EOCI) que por sus propiedades antimicrobianas y su estabilidad térmica en complejos de inclusión (IC), con β -ciclodextrinas (β -CD) producidos con tecnologías verdes como el ultrasonido, contribuya a incrementar la vida de anaquel de productos frutihortícolas y a reducir el desperdicio de éstos y de los empaques sintéticos.

1.2 Justificación

En la actualidad, el uso de empaques convencionales sintéticos ocasiona problemas relacionados con el desperdicio de alimentos y la contaminación por residuos plásticos. Estos empaques solo cumplen con la función de contener y proteger a los alimentos y no contribuyen a la conservación de los mismos. De igual manera, la naturaleza no biodegradable de éstos y el hecho de que son empaques de un solo uso, ocasiona que sean desechados en grandes cantidades.

Una solución a esto son los empaques activos sostenibles, estos empaques pueden contribuir a la reducción de los desperdicios de alimentos, ya que cumplen la función de limitar el deterioro de los alimentos, extendiendo su vida útil. La incorporación de agentes activos naturales como el aceite esencial de clavo (EOCI), un aditivo natural, reconocido como seguro por la FDA y con propiedades antimicrobianas y antifúngicas, puede ayudar a limitar el deterioro de los productos alimenticios perecederos. Sin embargo, es necesario que el EOCl esté protegido de la degradación térmica y la volatilización, lo cual se puede lograr formando complejos de inclusión con β -ciclodextrinas (β -CD), producidos con métodos respetuosos con el medio ambiente, efectivos como el método de amasado y ultrasonido.

La adición de estos complejos en un biopolímero biodegradable, tereftalato de adipato de polibutileno (PBAT), que posee características similares a los polímeros sintéticos utilizados actualmente para el envasado de alimentos (HDPE, PET), puede derivar en empaques activos que reemplacen a los empaques convencionales sintéticos no biodegradables.

1.3 Hipótesis

El método de ultrasonido es más efectivo que el método de amasado para formar complejos de inclusión (IC) de β -ciclodextrinas (β -CD) y aceite esencial de clavo (EOCI), que puedan ser utilizados para obtener empaques activos de tereftalato de adipato de polibutileno (PBAT).

1.4 Objetivos

En el presente apartado se muestran y mencionan los objetivos (general y específicos) del presente proyecto de tesis de licenciatura, los cuales son de importancia para la comprensión y desarrollo de dicho proyecto.

1.4.1 General

Identificar y determinar el método de formación de complejos de inclusión más efectivo para obtener prototipos de empaques activos y sostenibles, a partir de un biopolímero (PBAT) con aditivos naturales antimicrobianos (EOCI), para la industria alimentaria.

1.4.2 Específicos

- Elaborar complejos de inclusión a base de β -ciclodextrinas y aceite esencial de clavo, por medio de los métodos de amasado y ultrasonido, para identificar cual es el mejor método para proteger y mejorar las propiedades térmicas del aceite esencial.
- Obtener prototipos de empaques activos que sean biodegradables, por medio de extrusión para obtener filamentos y posteriormente una película activa por moldeo por compresión.
- Caracterizar los complejos de inclusión y los prototipos de empaques activos desarrollados, por medio de análisis térmicos, estructurales y morfológicos, así como evaluar las propiedades mecánicas, para determinar el efecto de la adición de los complejos de inclusión.
- Evaluar la biodegradabilidad del prototipo de empaque activo, por medio de pruebas de desintegración y biodegradabilidad, para conocer su capacidad de descomponerse debido a la acción de microorganismos.
- Evaluar la vida de anaquel de un alimento perecedero en los empaques activos desarrollados, por medio de análisis fisicoquímicos y de atributos sensoriales, para conocer la influencia del empaque activo sobre un alimento en su proceso de descomposición.

Capítulo 2 . Antecedentes

En este capítulo se plantean los antecedentes y marco teórico, los cuales son los que sustentan al presente trabajo de investigación. En el cual se muestra y describe la información (datos, conceptos, definiciones, etc.) necesaria para comprender de una manera más clara el presente proyecto.

2.1 Empaques activos

Los empaques activos para alimentos juegan un papel muy importante en la conservación de los alimentos. Estos empaques evolucionan más allá de cumplir con las funciones básicas de un empaque común como contener y proteger del deterioro a los alimentos. Estos empaques tienen la capacidad de limitar el deterioro de los alimentos extendiendo su vida útil, conservando sus propiedades organolépticas y la calidad del alimento.

El término “empaque activo” se refiere a la incorporación de aditivos naturales o sintéticos que funcionen para conservar o ampliar la vida útil y la calidad de los alimentos. El objetivo principal del envasado activo es mejorar el rendimiento de un sistema de empaquetado mediante la introducción de aditivos o componentes subsidiarios en el material de embalaje o en el espacio libre que los rodea (Sharma *et al.*, 2022).

2.1.1 Tipos de empaques activos

Se clasifican en dos grupos principales, empaques de eliminación activa y empaques de liberación activa (Figura 2.1). Los empaques de eliminación activa funcionan con agentes que absorben sustancias no deseadas tanto del alimento como de la atmósfera interna del empaque que propician el deterioro de los alimentos como etileno, humedad, O_2 , o los malos olores. Mientras que los empaques de liberación activa son capaces de liberar compuestos que contribuyen a la conservación de los alimentos como CO_2 , etanol, antioxidantes y antimicrobianos (Velázquez-Contreras *et al.*, 2021).

Empaques activos antimicrobianos: Se basan en el uso de agentes antimicrobianos en los envases que puedan retrasar o prevenir el crecimiento de microorganismos en el producto alimenticio. Aumentando a su vez, la vida útil y la seguridad del producto alimenticio.

Empaques activos antioxidantes: Los empaques antioxidantes previenen una oxidación inadecuada y el crecimiento de microorganismos aeróbicos. Este tipo de envase reduce el metabolismo del producto alimenticio.

Empaques activos absorbentes de O_2 : Los absorbentes de O_2 reducen la concentración de oxígeno a menos del 0,01 %, lo que reduce la difusión de O_2 en los envases de alimentos, evitando así la oxidación de los alimentos.

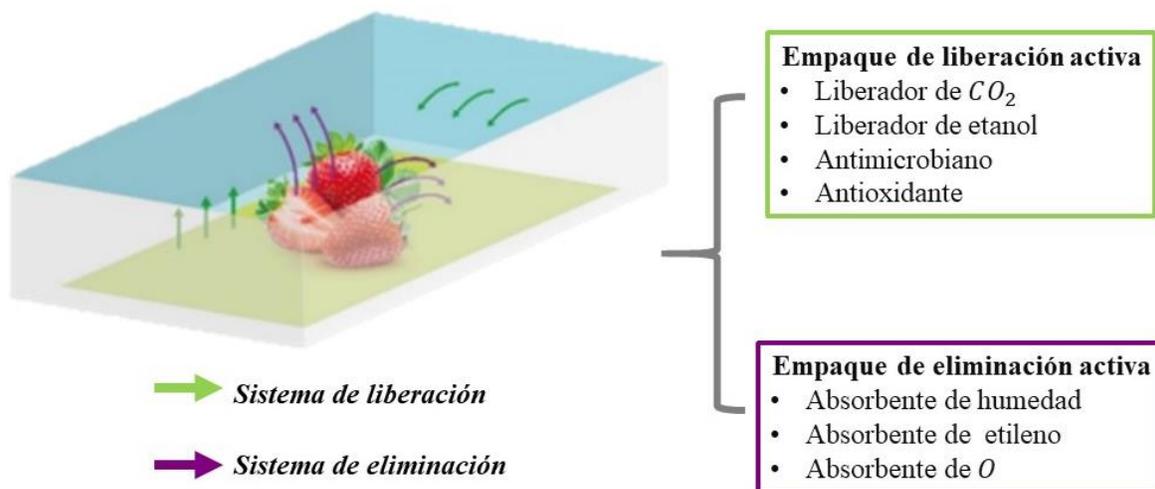


Figura 2.1 Representación esquemática del envasado activo. Modificado de (Velázquez-Contreras et al., 2021)

Empaques activos absorbentes de etileno: El etileno es una hormona del crecimiento que las frutas y verduras producen durante el almacenamiento, lo que reduce la vida útil de los productos alimenticios. Estos empaques absorben el etileno del alimento y por tanto incrementan su vida útil.

Empaques activos absorbentes de humedad: El uso de absorbentes de humedad es una forma eficaz de controlar el desarrollo excesivo de humedad dentro de los envases de alimentos. El absorbente de humedad controla la actividad del agua del producto alimenticio para inhibir el crecimiento de microorganismos. Los absorbentes de humedad se utilizan habitualmente en forma de bolsitas, bandejas y almohadillas para mantener el exceso de líquido de los productos alimenticios.

La Figura 2.2 muestra ejemplos de los agentes activos típicos utilizados en empaques de alimentos.

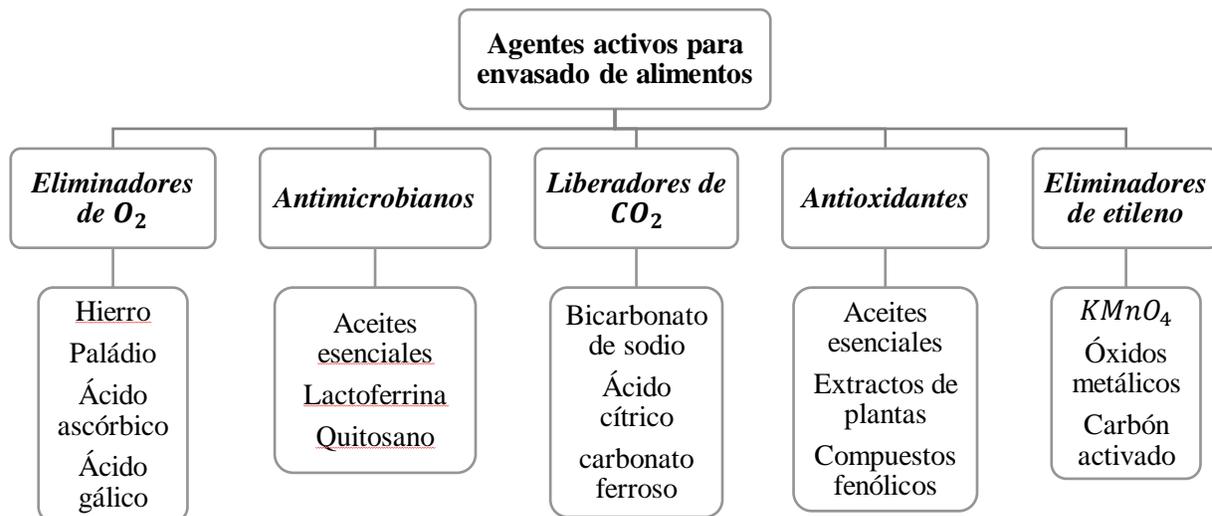


Figura 2.2 Agentes activos típicos utilizados en empaques de alimentos.

2.1.2 Tipos de empaques activos de acuerdo al tipo de agente utilizado

El envasado activo es un método innovador que prolonga la vida útil de los alimentos, siendo los empaques quimioactivos y bioactivos los dos tipos principales. En los empaques quimioactivos, se utilizan productos químicos como agente activo en el empaque. Los métodos de envasado de quimioterapia afectan la composición química del alimento, así como la atmósfera gaseosa dentro del empaque. Además, tienen la desventaja de que las sustancias sintéticas químicas activas pueden tener efectos negativos para la salud.

Los empaques bioactivos implican el uso de compuestos activos naturales que tienen propiedades antimicrobianas o antioxidantes como los aceites esenciales, que interactúan con moléculas biológicas como bacterias, y puede influir en los procesos biológicos, lo que a su vez dificulta el crecimiento de varios microorganismos. La adición de compuestos antimicrobianos como los aceites esenciales a las películas de envasado es un ejemplo de embalaje bioactivo (Sharma *et al.*, 2022).

2.2 Ciclodextrinas

Las ciclodextrinas (CD) son oligosacáridos en forma de cono truncado, que se obtienen a través de la digestión enzimática del almidón (Sharma *et al.*, 2022). Se caracterizan por ser hidrofóbicas en su cavidad interna que consiste en anillos de piranosa e hidrofílicas en su cavidad externa debido a la presencia de los grupos hidroxilo de unidades de glucosa como se muestra en la figura 2.3, por lo tanto, es capaz de albergar a otras moléculas hidrofóbicas en su cavidad interna, produciendo así complejos de inclusión (IC por sus siglas en inglés).

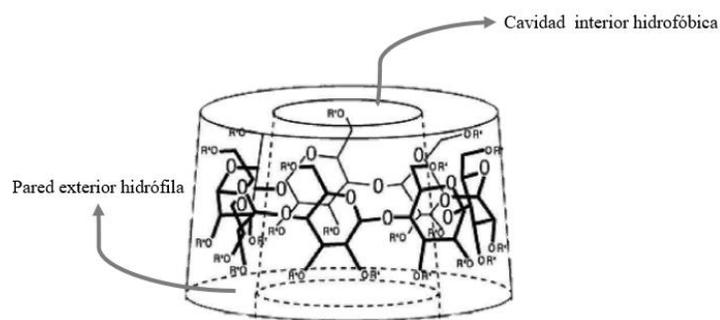


Figura 2.3. Estructura tridimensional de la ciclodextrina, mostrando su la distribución de los grupos hidroxilos y glicosídicos.

2.2.1 Tipos de ciclodextrinas

Las ciclodextrinas se clasifican de acuerdo al número de unidades de glucopiranosas que forman la ciclodextrina y se nombra con una letra griega diferente, los tipos más comunes son las α -Ciclodextrinas (6 moléculas de glucosa), β -Ciclodextrinas (7 moléculas de glucosa) y γ -Ciclodextrinas (8 moléculas de glucosa) (Figura 2.4), siendo la β -Ciclodextrina la más adecuada para ser empleada en la fabricación de empaques por ser la de morfología más adecuada, la más accesible y la de menor precio (Velázquez-Contreras *et al.*, 2021)

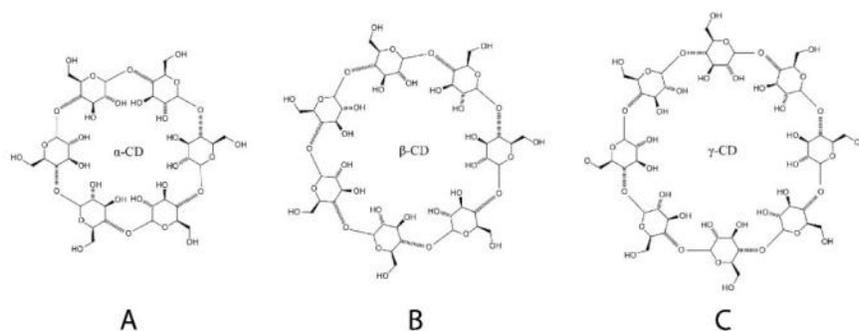


Figura 2.4. Estructuras químicas para (A) α -ciclodextrinas, (B) β -ciclodextrinas y (C) γ -ciclodextrinas (Velázquez-Contreras *et al.*, 2021).

2.2.2 Estructura y propiedades de las ciclodextrinas

Los tipos más comunes de ciclodextrinas α -Ciclodextrinas, β -Ciclodextrinas y γ -Ciclodextrinas tienen una estructura similar (figura 2.4) como la longitud de sus uniones y su orientación, pero estas difieren en el tamaño del anillo (figura 2.5) y en sus propiedades fisicoquímicas (tabla 2.1).

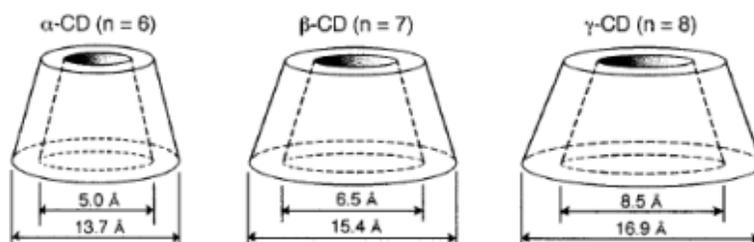


Figura 2.5 Dimensiones de α -Ciclodextrinas, β -Ciclodextrina y γ -Ciclodextrina

Las ciclodextrinas poseen una estructura cristalina, y cristalizan en dos principales tipos de empaquetamiento, estructura tipo jaula y tipo canal, que dependen del tipo de ciclodextrina y del huésped invitado (Figura 2.6) (Del Valle, 2004).

En los complejos tipo canal, las moléculas de ciclodextrina se disponen una a continuación de otra, dando lugar a un alineamiento de las cavidades donde las moléculas huésped quedan inmersas. Esta configuración está estabilizada mediante puentes de hidrógeno. En las estructuras tipo jaula, la cavidad de cada molécula de ciclodextrina está bloqueada en ambos lados por ciclodextrina adyacentes (Martínez & Gómez, 2007).

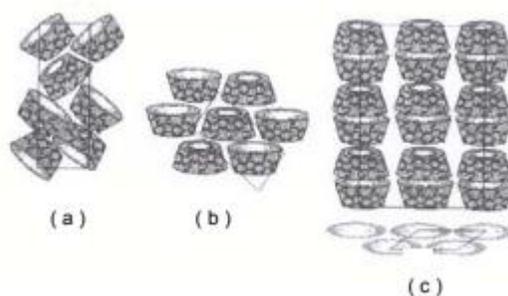


Figura 2.6 Esquemas de las distintas estructuras cristalinas de en los complejos de inclusión con ciclodextrinas a) jaula, b) capa, c) canal (Martínez & Gómez, 2007)

Tabla 2.1 Propiedades físicas y químicas de las ciclodextrinas naturales

Propiedad	α -Ciclodextrina	β -Ciclodextrina	γ -Ciclodextrina
Unidades de glucosa	6	7	8
Diámetro interno (Å)	0.47-0.53	0.60-0.65	0.75-0.83
Diámetro externo (Å)	14.6	15.4	17.5
Profundidad de cavidad (Å)	0.79	0.79	0.79
pk, valor	12.3	12.2	12.1
Punto de fusión (°C)	275	280	275
Solubilidad en agua a25°C (%w/v)	14.5	1.9	23.2
Peso molecular (g/mol)	972	1135	1297
Volumen de cavidad aprox. (Å ³)	174	262	427
Agua cristalina (% w/w)	10.2	13.2-4.5	8.13-17.7
Interacción hidrofóbica	CD-cavidad	CD-cavidad	CD-cavidad
Puente de Hidrogeno	glucosa-OH	glucosa-OH	glucosa-OH
Entalpia ΔH (kJ/mol)	32.1	34.7	32.3
Entropia ΔS (kJ/mol)	13.8	11.7	14.7

2.2.3 Consideraciones toxicológicas de las ciclodextrinas

Estudios de toxicidad han demostrado que las ciclodextrinas administradas por vía oral son prácticamente no tóxicas debido a la falta de absorción en el tracto gastrointestinal (Del Valle, 2004). En los EE. UU., las CD α , β y γ están listadas como aditivos alimentarios “generalmente reconocidos como seguros” (GRAS) y pueden comercializarse como tales (Astray *et al.*, 2009).

Por lo tanto, las ciclodextrinas son seguras para su aplicación en alimentos, ya que son benignas para la salud humana. Además, la migración de las ciclodextrinas desde los empaques al alimento no tiene efectos nocivos para la salud de los consumidores, según la normatividad actual. Tomando en cuenta que las ciclodextrinas son consideradas como aditivos seguros para su uso en alimentos, se decidió utilizarlas como material pared para la formación de complejos de inclusión.

2.2.4 Aplicación de las ciclodextrinas en el envasado de alimentos

Actualmente la industria alimentaria busca constantemente maneras en las cuales los productos alimenticios sean seguros, duraderos, de calidad, y que no impacten

negativamente al medio ambiente. Como resultado a esto, se han desarrollado diversas investigaciones, que implican el uso de empaques activos en los cuales se añaden compuestos a los empaques para alargar la vida útil de los productos alimenticios, como los complejos de inclusión (CD-huésped).

La aplicación de las ciclodextrinas en la industria alimentaria es amplia, debido a que son naturales, ecológicas, biocompatibles, y no dañinas para la salud humana. Según estudios realizados la formación de complejos de inclusión (CD-Huésped) ayuda a prolongar la vida útil de los alimentos perecederos (Liu *et al.*, 2022). Además, las CD al ser oligosacáridos derivados del almidón, son por tanto biodegradables y en combinación con un material polímero biodegradable, el empaque en sí podría ser completamente biodegradable y ecológico (Matencio *et al.*, 2020).

Las CD se han incorporado en empaques activos para alimentos de diversas maneras; como ciclodextrinas vacías, y como complejos de inclusión de CD con sustancias activas antimicrobianas.

2.2.4.1 Ciclodextrinas vacías

Las ciclodextrinas vacías se han utilizado para retener las sustancias hidrofóbicas liberadas dentro o fuera del empaque. Por lo general, capturan compuestos volátiles indeseables dentro de su cavidad. Se han utilizado en la conservación de frutas, encapsulando etileno (el principal responsable de la maduración de las frutas) en la cavidad de la CD. También se han utilizado para reducir plastificantes y tricloroanisol (un contaminante de los corchos de las botellas). Además, se pueden utilizar para evitar pérdidas de sabor/aroma en el empaque (Matencio *et al.*, 2020).

2.2.4.2 Complejos de inclusión de ciclodextrinas con sustancias activas antimicrobianas

El uso de complejos de inclusión de ciclodextrina (IC) para la producción de empaques activos tiene un doble efecto, ya que puede mantener la sustancia activa en su cavidad interna y controlar su liberación para extender la vida útil de un producto perecedero sin tener pérdidas en su calidad, seguridad o parámetros organolépticos. Pero también se pueden utilizar para atrapar moléculas en la superficie exterior del empaque, brindando así protección contra factores ambientales (Velázquez-Contreras *et al.*, 2021).

El uso de complejos de inclusión en el envasado de alimentos contribuye a mantener y liberar sustancias activas antioxidantes y antimicrobianas (moléculas huésped), a medida que aumentan los niveles de humedad en el espacio libre en el empaque. Debido a la interacción del agua con la CD, las interacciones huésped-huésped se debilitan y, en consecuencia, la molécula antimicrobiana se libera y protege el producto contra el crecimiento microbiano (Astray *et al.*, 2009). Se han hecho investigaciones en las cuales se han utilizado como agente activo antimicrobiano aceite esenciales como el de tomillo, mostaza, canela, orégano, aceite de árbol de té con β -Ciclodextrina, entre otros (Velázquez-Contreras *et al.*, 2021).

2.3 Formación de complejos de inclusión Ciclodextrinas-huésped

Las ciclodextrinas tienen la característica de formar complejos de inclusión (IC) sólidos con moléculas huésped líquidas, sólidas y gaseosas, en donde la molécula invitada se mantiene dentro de la cavidad de la ciclodextrina para formar un complejo de inclusión (Figura 2.7). Los complejos de inclusión son un ajuste dimensional entre la cavidad del huésped y la ciclodextrina. La cavidad hidrofóbica de la ciclodextrina proporciona un microambiente en el que pueden entrar restos no polares de tamaño adecuado para formar complejos de inclusión (Del Valle, 2004).

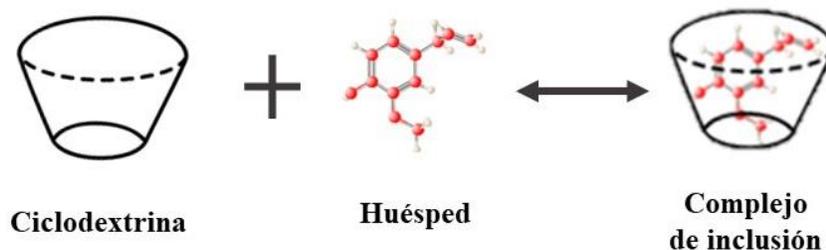


Figura 2.7 Representación gráfica del mecanismo de formación de un complejo de inclusión.

2.3.1 Mecanismo de encapsulación

Durante la formación del complejo de inclusión no se forman ni se rompen enlaces covalentes, pero las moléculas se mantienen estables gracias a las fuerzas de unión involucradas en la formación de los complejos de inclusión, tales como fuerzas de Van der Waals, interacciones dipolo-dipolo, o puentes de hidrógeno (Tian *et al.*, 2020; Velázquez-Contreras *et al.*, 2021). La inclusión de un huésped en una cavidad de CD consiste básicamente en una sustitución de las moléculas de agua incluidas por el huésped menos

polar. Estas moléculas de agua son desplazadas por moléculas huésped que son más hidrofóbicas para lograr pasar de una interacción polar-apolar (agua-CD) a una apolar-apolar (molécula hidrofóbica-CD), generando así una disminución de la tensión del anillo de la CD, lo que da como resultado un estado de menor energía más estable (Astray *et al.*, 2009). La unión de las moléculas huésped dentro de la CD no es fija ni permanente si no un proceso de equilibrio dinámico, que se puede explicar mediante la Ecuación 2.1.



Donde H, G y H · G corresponden a las concentraciones del huésped, ciclodextrina y el complejo de inclusión, respectivamente (Tian *et al.*, 2020).

Cuanto más grande es la molécula huésped, más lenta es la formación y descomposición del complejo. La ionización disminuye la tasa de formación y descomposición de complejos. Este equilibrio de recombinación-disociación es una de las características más importantes de esta asociación (Tian *et al.*, 2020). La disociación del complejo de inclusión es impulsada por un gran número de moléculas de agua en su entorno (Del Valle, 2004).

2.3.1.1 Efecto en las propiedades de la molécula huésped en la formación del complejo de inclusión

La formación de complejos de inclusión en las ciclodextrinas tiene un efecto favorable en las propiedades fisicoquímicas de las moléculas huésped, debido a que quedan encapsuladas dentro de la cavidad de la ciclodextrina, lo que da lugar a distintas modificaciones beneficiosas para las moléculas huésped, que de otra manera no se podrían lograr.

La encapsulación de moléculas huésped en la CD puede ajustar y mejorar las características químicas, físicas, biológicas de la molécula huésped y estabilizarla (Liu *et al.*, 2022). Por lo tanto, la volatilidad de la molécula huésped reduce cuando está encapsulada, debido a que las asociaciones son fuertes e incrementa su punto de fusión. De igual manera, las protege del sobrecalentamiento, oxidación degradación, evaporación y mejora su solubilidad (Velázquez-Contreras *et al.*, 2021).

2.3.1.2 Factores a considerar en la formación de complejos de inclusión

Cuando se busca hacer un complejo de inclusión apropiado, se deben de considerar distintos factores para encontrar el tipo de ciclodextrina adecuada a utilizar, y esto depende de distintos factores clave.

El primer factor es morfológico y depende del tamaño relativo de la ciclodextrina con respecto al tamaño de la molécula huésped o de ciertos grupos funcionales clave dentro del huésped. Debido a que, si el huésped no tiene el tamaño adecuado, no encajará correctamente en la cavidad de la ciclodextrina. Si bien la altura de la cavidad de las ciclodextrinas es la misma para todas, éstas difieren en el tamaño del diámetro interno de su cavidad y por lo tanto en su volumen (Figura 2.5). También hay que tener en cuenta que, está ampliamente comprobado que, dependiendo del tamaño de la cavidad de la ciclodextrina, pueden encapsular moléculas huésped de variados tamaños con diferente estequiometría (Figura 2.8). Según estas dimensiones, la β -ciclodextrina forma complejos con compuestos aromáticos (Del Valle, 2004).

El segundo factor son las interacciones termodinámicas entre los componentes del sistema (Ciclodextrina, huésped y disolvente). Para que se forme un complejo de inclusión, debe de existir una fuerza impulsora que atraiga al huésped hacia la ciclodextrina (Del Valle, 2004).

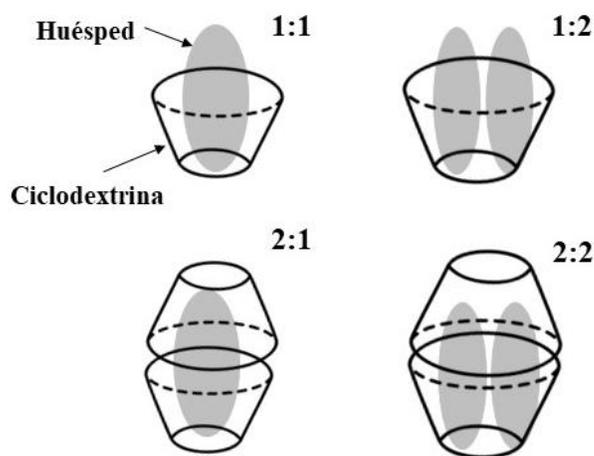


Figura 2.8 Estequiometría de complejos de complejos de inclusión de ciclodextrina

2.3.2 Métodos de para la producción de los complejos de inclusión

La elección del método utilizado para la producción de complejos de inclusión (IC) es importante, porque afecta el rendimiento y las características morfométricas del complejo.

A lo largo de todos estos años de investigación se han aplicado diferentes métodos para producir complejos de inclusión ciclodextrinas-huésped, entre ellos, se pueden destacar: Co-precipitación, amasado, supercríticos, irradiación por microondas y secado por pulverización, entre otros (Cid-Samamed *et al.*, 2022).

Todas estas técnicas pueden tener diferentes ventajas, pero al mismo tiempo, también pueden tener algún tipo de inconveniente o limitación, como se muestra en la Tabla 2.2 (Cid-Samamed *et al.*, 2022; Ozkan *et al.*, 2019). Por lo cual, recientemente se han investigado nuevas técnicas para la formación de complejos de inclusión como el método de ultrasonido.

2.3.2.1 Método de amasado

El método de amasado, también llamado método de pasta, es una técnica simple para formar un complejo de inclusión de ciclodextrinas. Este método se basa en una mezcla de una molécula huésped con ciclodextrinas que se somete a amasado por energía mecánica, donde los compuestos reciben la intensidad suficiente para dar lugar a una acumulación de energía *cuasi-adiabática*, que permite la formación de una estructura metaestable (Cid-Samamed *et al.*, 2022). Este proceso de amasado da como resultado una rotura de cristales que provoca una reducción del tamaño de partícula y un aumento en la superficie de contacto para la interacción entre el huésped y la ciclodextrina.

Este método se caracteriza por no hacer uso de solventes para su realización, por lo que puede considerarse como un método amigable con el medio ambiente. Por otra parte, este método también se destaca por su rapidez, su alta eficiencia en la producción de complejos de inclusión, y por ser una tecnología económica. Sin embargo, este método es difícil de escalar industrialmente, debido a que es considerado como un método manual. Este método se ha utilizado a lo largo de los años para la formación de complejos de inclusión, la Tabla 2.3 se presentan algunas de las investigaciones en donde se ha utilizado el método amasado para la formación de complejos de inclusión

Tabla 2.2 Ventajas y desventajas de los métodos de producción de los IC

Método	Descripción	Ventajas	Desventajas
<i>Amasado</i>	Consiste en una mezcla de CD con etanol en un mortero para obtener una pasta, luego se incorpora el huésped y posteriormente el sólido se seca.	Este es un método moderadamente simple. Eficiente.	No escalable No buena eficiencia de encapsulación.
<i>Co-precipitación</i>	Es adecuado para sustancias no solubles en agua. Se requiere un proceso precipitación para obtener el complejo.	Uno de los métodos más comunes. Simplicidad y eficiencia.	Los disolventes orgánicos tienen que ser pos procesados. Tiempo de proceso largo. Presencia de solvente orgánico residual.
<i>Liofilización</i>	Proceso de varias etapas que consiste en la congelación, la sublimación, la desorción y finalmente las etapas de almacenamiento, lo que da como resultado un material seco.	Proceso sencillo. Se lleva a cabo a baja temperatura de funcionamiento con ausencia de aire. Productos de calidad. Evita los deterioros causados por la oxidación o la modificación química.	Largo tiempo de proceso (más de 20 h) Altos costos de capital y operativos en comparación con otros
<i>Secado por pulverización</i>	Técnica de encapsulación relacionada con la atomización de un líquido en polvo seco por medio de un inyector que incluye una corriente de gas de secado caliente.	Uno de los métodos más comunes y antiguos. Fácil de aplicar a nivel industrial. Alto rendimiento. Secado rápido.	Restringido a material de matriz portadora dispersable en agua o soluble en agua. Equipos complejos.
<i>Fluidos supercríticos</i>	La cantidad requerida de ciclodextrinas y el huésped se introducen en una autoclave que se termostática y se presuriza con el fluido supercrítico a una presión y temperatura especificad. Vaporiza el fluido debido a una rápida caída de presión y se produce la separación del complejo de inclusión	Escalable para uso comercial. Separación perfecta entre los productos procesados y el disolvente supercrítico.	Selección del proceso supercrítico en función de la solubilidad del material activo a encapsular.
<i>Irradiación por microondas</i>	Método en donde, el invitado y el CD se mezclan en una cantidad mínima de mezcla de etanol/agua y luego se introducen en un reactor por radiación de microondas para obtener finalmente un polvo.	Ausencia de residuos originados por el gasto de disolventes orgánicos. Mayores rendimientos Tiempos de reacción más cortos. Ahorro de tiempo.	

Tabla 2.3 Investigaciones de la aplicación del método de ultrasonido en la formación de complejos de inclusión de ciclodextrinas

Tipo de ciclodextrina	Huésped	Aplicación	Referencia
β -Ciclodextrina	Aceite esencial de naranja y tomillo	Películas activas antimicrobianas	(Flores-Silva <i>et al.</i> , 2023)
β -Ciclodextrina	Aceites esenciales de albahaca y Pimenta dioica	Posible aplicación de IC como antimicrobianos naturales	(Marques <i>et al.</i> , 2019)
β -Ciclodextrina	(-)-linalool	Estudio de la formación de complejos de inclusión	(Menezes <i>et al.</i> , 2014)
β -Ciclodextrina	Herbicida norflurazon	Obtener formulaciones mejoradas de este herbicida	(Villaverde <i>et al.</i> , 2004)

2.3.2.2 Método de ultrasonido

Las ondas sonoras que superan el rango de frecuencia audible, es decir, superiores a 20 kHz, se denominan "ultrasonidos" (Bhargava *et al.*, 2021). Los efectos del ultrasonido se derivan principalmente de la cavitación acústica, que es causada debido a la producción, crecimiento posterior y repentino colapso de microburbujas liberando una gran cantidad de energía y esto a su vez, mejora de la transferencia de masa (Singla & Sit, 2021). La cavitación se produce en regiones del líquido que se encuentra sometido a presiones de alta amplitud que alternan rápidamente. La técnica del ultrasonido se considera como una tecnología verde, sostenible y amigable con el medio ambiente. Se caracteriza por ser un proceso rápido, eficiente y por la eliminación de pasos en diversos procesos. Además, reduce riesgos químicos y físicos.

Se considera que dependiendo de la frecuencia empleada y la longitud de las ondas de sonido, se pueden generar diferentes cambios físicos, químicos y bioquímicos (Devine, 1993; Robles-Azuna & Ochoa-Martínez, 2012).

En sistemas líquido-sólido la cavitación ultrasónica produce fenómenos de alta energía como efectos físicos, los cuales incluyen una mejora del transporte de masa debido a mezclas turbulentas y corrientes acústicas. Además, también se generan daños superficiales en las interfaces líquido-sólido por ondas de choque, microchorros y la generación de colisiones entre partículas de alta velocidad, generando la fragmentación de sólidos para aumentar el área de superficie. Cerca de una superficie sólida, el colapso de las burbujas se vuelve no esférico, impulsando chorros de líquido a alta velocidad hacia la superficie y creando daños

por ondas de choque en la superficie (Figura 2.9). Las ondas de choque creadas por el colapso de la cavidad en el líquido también pueden provocar daños en la superficie y fragmentación de materiales frágiles (Devine, 1993)

Durante los últimos años se ha investigado la aplicación del ultrasonido en la formación de complejos de inclusión de ciclodextrinas debido a su alta eficiencia, además se caracteriza por ser un método rápido, no tóxico y una tecnología verde, amigable con el medio ambiente de bajo consumo energético. Sin embargo, su estudio aún sigue siendo muy limitado, la Tabla 2.4 muestra las investigaciones en cuanto a la aplicación del método de ultrasonido en la formación de complejos de inclusión de ciclodextrinas, demostrando que la β -ciclodextrina es la menos estudiada.

Tabla 2.4 Investigaciones de la aplicación del método de ultrasonido en la formación de complejos de inclusión de ciclodextrinas

Tipo de ciclodextrina	Huésped	Aplicación	Referencia
β -Ciclodextrina y 2-hidroxiopropil- β -ciclodextrina	Isotiocianato de bencilo	Anticancerígeno y agente antimicrobiano	(Uppal <i>et al.</i> , 2017)
2-hidroxiopropil- β -ciclodextrina	Timol	conservación de frutas	(Sun <i>et al.</i> , 2021)
2-hidroxiopropil- β -ciclodextrina	Citral	Conservante antifúngico en el almacenamiento de fresas	(Shen <i>et al.</i> , 2024)
2-hidroxiopropil- β -ciclodextrina	Cuminaldehído	Antibacteriano	(Cui <i>et al.</i> , 2019)
β -ciclodextrina	Fármacos salsalato	Aplicaciones biomédicas	(Mohandoss <i>et al.</i> , 2020)
2-hidroxiopropil- β -ciclodextrina	Aceite de árbol de té	Aplicación para controlar la podredumbre parda en melocotonero	(Jiang <i>et al.</i> , 2021)

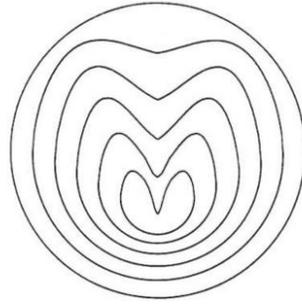


Figura 2.9 Formación de un microchorro líquido durante el colapso de una burbuja cerca de una superficie extendida (Devine, 1993)

2.4 Aceites esenciales

Los aceites esenciales son mezclas naturales complejas de metabolitos secundarios volátiles de plantas aromáticas (Haro-González *et al.*, 2021). Poseen propiedades biológicas (antimicrobianas, antifúngicas, antiinflamatorias, antioxidantes y antivirales) y propiedades medicinales y aromáticas (Kalemba & Kunicka, 2005).

Debido a sus propiedades antimicrobianas y antifúngicas, se consideran sustancias idóneas para sustituir los aditivos químicos en la conservación de alimentos (Haro-González *et al.*, 2021). Se descubrió que los aceites esenciales de especias y hierbas (tomillo, clavo, orégano, menta, canela y salvia) poseen las propiedades antimicrobianas más fuertes entre muchos otros analizados (Kalemba & Kunicka, 2005). A continuación, se describen algunas de las características más relevantes del aceite esencial de clavo (el cual fue utilizado en la experimentación del presente proyecto de tesis de licenciatura).

2.4.1 Aceite esencial de clavo

El clavo (*Syzygium aromaticum* L. perteneciente de la familia Myrtaceae) es una planta aromática ampliamente cultivada en países tropicales y subtropicales, rica en compuestos volátiles y antioxidantes como eugenol, β -cariofileno y α -humuleno (Haro-González *et al.*, 2021). Los tallos, las hojas y los botones sin abrir son las partes de esta especia que se utilizan principalmente para la extracción de aceite esencial (Aguilar-González & López-Malo, 2013).

El aceite de clavo (EOCl) es un líquido incoloro de color amarillo pálido con el aroma y sabor característicos del clavo. Ha sido ampliamente investigado debido a su popularidad, disponibilidad y alto rendimiento. Posee distintos efectos dentro de los cuales destacan el

antiséptico, analgésico, antibacteriano, antifúngico, anestésico y antimutagénico (Nurdjannah & Bermawie, 2012).

El aceite esencial de clavo es una especia ampliamente aprovechada en la perfumería y la medicina; dentro de la industria alimentaria, es mayormente utilizado como saborizante. Diversas investigaciones han demostrado que el aceite esencial de clavo posee funciones antimicrobianas contra patógenos transmitidos por el consumo de alimentos (Aguilar-González & López-Malo, 2013). El aceite esencial de clavo se utiliza en perfumes, cosméticos, productos sanitarios, medicamentos y alimentos (Haro-González *et al.*, 2021)

El aceite de clavo es una mezcla de diferentes compuestos, siendo los tres ingredientes activos principales el eugenol (50 %), el acetato de eugenilo, el β -cariofileno y α -humuleno (10-40 %) (Nurdjannah & Bermawie, 2012) (Figura 2.10).

De acuerdo con la FDA en su Código de Regulaciones Federales (CFR) ha afirmado que el aceite de clavo es generalmente reconocido como seguro (GRAS) como sustancia añadida directamente a los alimentos humanos (21 CFR 184.1257) y como aditivo alimentario (21 CFR 172.515) (Nurdjannah & Bermawie, 2012).

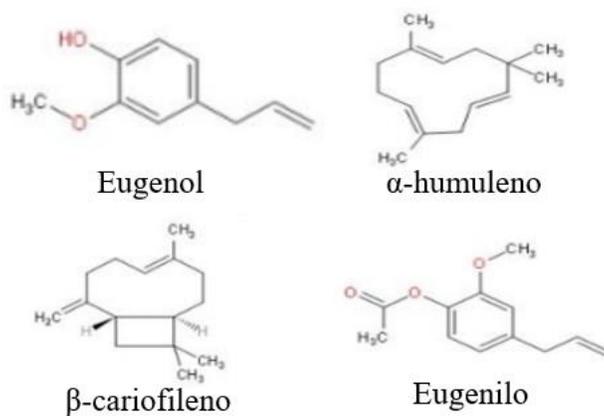


Figura 2.10 Estructura química de los principales compuestos presentes en el aceite esencial de clavo (Haro-González *et al.*, 2021)

2.4.1.1 Propiedades antimicrobianas

Los componentes activos de las especias que tienen actividad contra los microorganismos son en su mayoría metabolitos secundarios como alcaloides, glucósidos, entre otros. La actividad antimicrobiana del aceite esencial de clavo, se atribuye a los compuestos fenólicos, así, a mayor cantidad de compuestos fenólicos en el aceite esencial, la actividad

antimicrobiana será mayor. Estos compuestos pueden desnaturalizar a las proteínas y al mismo tiempo reaccionan con los fosfolípidos de la membrana celular, cambiando así su permeabilidad y produciendo la muerte microbiana (Aguilar-González & López-Malo, 2013).

El aceite esencial de clavo ha demostrado ser eficaz contra un gran número de patógenos alimentarios y bacterias que deterioran a los alimentos (Jang *et al.*, 2008). El aceite de clavo se encuentra entre los aceites esenciales más inhibidores, con una concentración bacteriostática de 0,075 % o menos, contra cinco patógenos importantes transmitidos por los alimentos. El aceite esencial de clavo mostró actividad antimicrobiana incluso después del tratamiento a 100 °C durante 30 minutos. (Nurdjannah & Bermawie, 2012).

2.4.1.2 Propiedades antifúngicas

Los compuestos naturales, como los aceites esenciales, se caracterizan por ser una fuente interesante de metabolitos antifúngicos. El aceite esencial de clavo se caracteriza por su actividad antifúngica, que se debe principalmente al eugenol que contiene este aceite.

La actividad antifúngica del aceite esencial de clavo abarca diversas especies de hongos y levaduras, por ejemplo: especies de *Candida* (principalmente *Candida albicans*), *Cryptococcus neoformans*, especies de *Aspergillus*, hongos aislados de *Onychomycosis*, *Saccharomyces cerevisiae* y varios dermatofitos (Herrera *et al.*, 2019).

Muchos informes han indicado que el aceite de clavo es uno de los aceites esenciales que muestra una inhibición más fuerte contra el crecimiento de *Penicillium spp.* Además, este mostró actividad inhibidora contra la producción de aflatoxina por *A. parasiticus*, que es un metabolito secundario tóxico producido por los hongos transmitidos por los alimentos *Aspergillus flavus* y *A. parasiticus*. El aceite de clavo exhibió cierta actividad antifúngica contra todos los aislados de *Eurotium spp.*, *Aspergillus spp.* y *Penicillium spp.* que a menudo contaminan los productos de panadería. Estos estudios indicaron que el clavo y el aceite de clavo de olor se pueden utilizar como conservante de alimentos, mejorando así la vida útil de los alimentos (Nurdjannah & Bermawie, 2012).

La presencia de hongos en las frutas, es una propiedad visual que indica un estado de maduración muy avanzado en las frutas. Por lo tanto, el aceite esencial de clavo puede ser efectivo contra el crecimiento de hongos en las frutas debido a sus propiedades antifúngicas.

2.4.2 Aplicaciones de los aceites esenciales en la industria alimentaria

En la actualidad, la industria alimentaria se enfrenta a un gran problema, relacionado con producir alimentos con una larga vida útil y al mismo tiempo reservar su valor nutricional y sus atributos sensoriales. El deterioro de los alimentos provoca grandes pérdidas económicas y es perjudicial para la salud humana. La creciente demanda de los consumidores de alternativas naturales a los conservantes sintéticos en los alimentos ha convertido a los aceites esenciales en un sustituto natural debido a sus propiedades antioxidantes, antibacterianas y antifúngicas.

Actualmente el aceite esencial de clavo se utiliza ampliamente en la industria alimentaria como saborizante y conservador, en distintas áreas como se muestra en la Tabla 2.5 (Haro-González *et al.*, 2021).

Tabla 2.5 Aplicaciones del aceite esencial de clavo en la industria alimentaria

Aplicación	Descripción
<i>Materiales de embalaje</i>	<ul style="list-style-type: none">• Incorporación del EOCl en recubrimientos comestibles• Materiales de embalaje biodegradables (polisacáridos, lípidos, proteínas), con aceites esenciales para mejorar sus propiedades antimicrobianas
<i>Verduras</i>	<ul style="list-style-type: none">• El EOCl se agrega al tratamiento de lavado de vegetales recién cortados como una alternativa a los desinfectantes químicos.• Prevenir el deterioro por hongos por medio de un tratamiento con luz UV-C.
<i>Productos cárnicos</i>	<ul style="list-style-type: none">• Adición del EOCl para la disminución del recuento bacteriano en estos alimentos antimicrobiana• La aplicación de EOCl reduce el deterioro del sabor, olor, color textura y propiedades sensoriales.
<i>Conservación de alimentos procesados</i>	<ul style="list-style-type: none">• Saborizante con propiedades antimicrobianas
<i>Comida horneada</i>	<ul style="list-style-type: none">• Agente antimicrobiano para la producción de queso
<i>Productos lácteos</i>	<ul style="list-style-type: none">• Prevención del crecimiento de moho y mantenimiento de la seguridad y nutrición.

2.5 Polímeros en el envasado de alimentos

Existen diversos polímeros que son utilizados en el envasado de alimentos, los cuales deben cumplir ciertas propiedades funcionales que influyen en la conservación de los alimentos. A continuación, se describen las propiedades funcionales, tipos de polímeros y algunas de las características más relevantes del PBAT (Polímero utilizado en la experimentación del presente proyecto).

2.5.1 Propiedades funcionales de los empaques de alimentos

En el envasado de alimentos existen diversas propiedades funcionales que deben cumplir los materiales del empaque. Estas propiedades juegan un papel muy importante en la conservación de los alimentos (Arman Alim *et al.*, 2022). En la Figura 2.11 se muestra las propiedades de los materiales de envasado de alimentos y se describen a continuación:

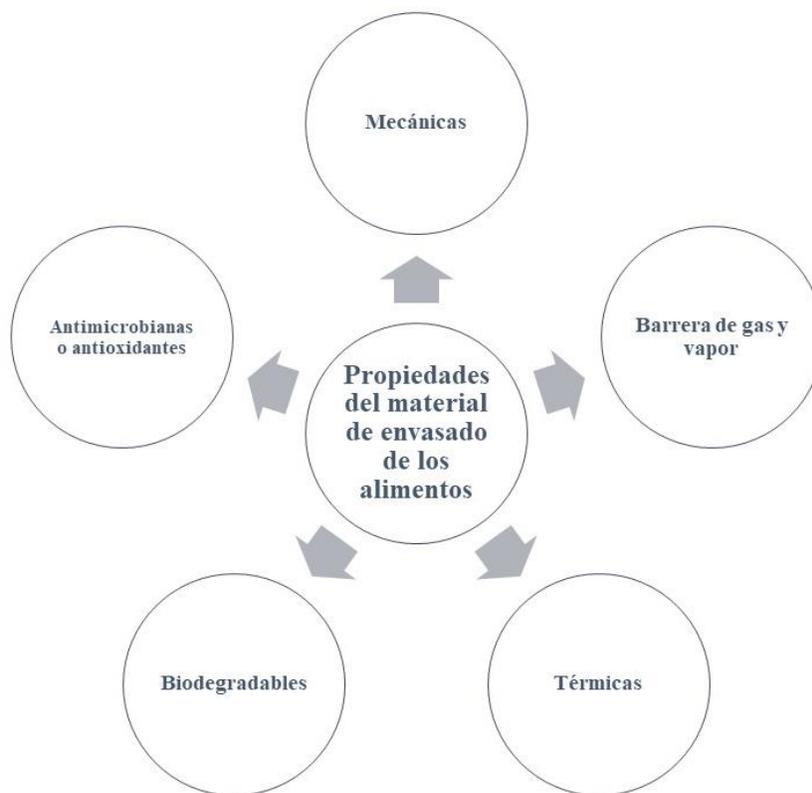


Figura 2.11 Propiedades de los materiales de envasado de los alimentos.

- **Propiedades térmicas.** Las propiedades térmicas de los materiales para el envasado de alimentos son esenciales para resistir altas temperaturas y limitar la degradación de los materiales durante la aplicación del empaque.

- **Propiedades mecánicas.** Las propiedades mecánicas determinan la estabilidad de la película para evitar fallas prematuras o grietas durante la manipulación, almacenamiento y transporte.
- **Propiedades biodegradables.** La propiedad biodegradable de un material se define como su capacidad para descomponerse debido a la acción de microorganismos. El uso de materiales poliméricos biodegradables en lugar de materiales no biodegradables es una buena solución para preservar los recursos fósiles y reducir la contaminación ambiental
- **Propiedades antimicrobianas o antioxidantes.** La incorporación de agentes antioxidantes o antimicrobianos en los materiales de envasado de alimentos es una innovación para sustituir el envasado de alimentos tradicional, debido a que los alimentos frescos con un alto contenido de humedad provocarán el crecimiento de microorganismos y, por lo tanto, los empaques de alimentos antimicrobianos han recibido gran atención en el desarrollo de empaques de alimentos para superar este problema.
- **Propiedades de barrera de gas y vapor.** Las propiedades de barrera del empaque son importantes ya que protegen los alimentos de rehidratación y oxidación. Dado que el intercambio de agua y oxígeno puede afectar negativamente a los productos alimenticios, mejorando el vapor de agua y el oxígeno.

2.5.2 Clasificación de los polímeros

Los polímeros se clasifican de acuerdo el recurso del cual son derivados, por lo tanto, se clasifican en dos grupos principales los cuales son polímeros no biodegradables y polímeros biodegradables, los cuales se describen a continuación.

2.5.2.1 Polímeros no biodegradables

Los polímeros no biodegradables son derivados de recursos del petróleo. Se caracterizan por poseer buenas propiedades de barrera, mecánicas y térmicas, pero no poseen la capacidad descomponerse en la naturaleza y pueden tardar cientos de años en desaparecer provocando problemas de contaminación (Arman Alim *et al.*, 2022). Algunos ejemplos de plásticos no biodegradables se muestran en la Figura 2.12.

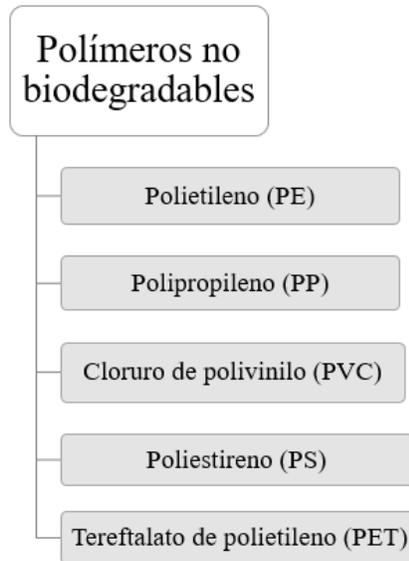


Figura 2.12 Ejemplos de polímeros no biodegradables.

2.5.2.2 *Polímeros biodegradables*

Los polímeros biodegradables se caracterizan por poseer la capacidad de degradarse completamente por acción de microorganismos a través de enzimas que se encuentran en el ambiente natural. La degradación también puede ocurrir por procesos térmicos, químicos o biológicos.

Los polímeros biodegradables se clasifican según su origen en petroquímicos (sintéticos) y de recursos renovables (biopolímeros):

- Los biopolímeros a partir de recursos renovables son sintetizados naturalmente de plantas y animales, o totalmente sintetizados a partir de recursos renovables.
- Los biopolímeros a base de petróleo se sintetizan a partir de recursos del petróleo, pero son biodegradables al final de su funcionalidad.

Algunos de los ejemplos de los materiales de elaboración de los polímeros biodegradables sintéticos y derivados de recursos renovables se muestran en la Figura 2.13 (Joana Rodríguez Sepúlveda & Eduardo Orrego Alzate, 2016).

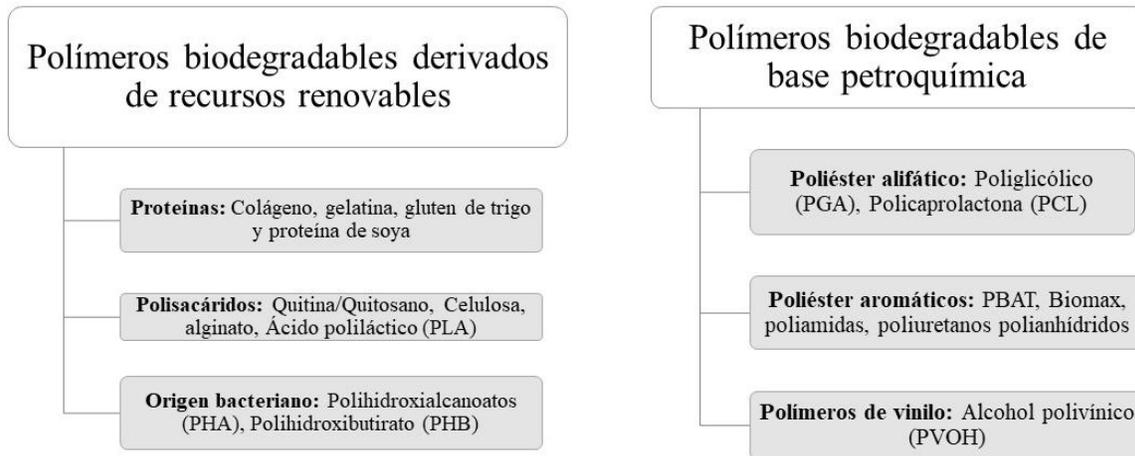


Figura 2.13 Clasificación y ejemplos de los polímeros biodegradables.

2.5.3 Poli (adipato-co-tereftalato de butileno) (PBAT)

El poli (adipato-co-tereftalato de butileno) (PBAT) es un copoliéster alifático aromático sintético 100 % biodegradable por lo que es respetuoso con el medio ambiente y además posee buenas propiedades mecánicas (Ferreira *et al.*, 2019). se encuentra entre los copolímeros alifático-aromáticos más importantes con un amplio rango de importancia.

2.5.3.1 Síntesis

El poli(adipato-co-tereftalato de butileno) (PBAT), puede ser obtenido mediante una reacción de policondensación entre butanodiol (BDO), ácido adípico (AA) y ácido tereftálico (PTA) (figura 2.14) (Kanwal *et al.*, 2022).

La síntesis de PBAT se puede dividir en procesos de premezcla, prepolimerización y polimerización final. La preparación del PBAT requiere un tiempo de reacción prolongado, alto vacío y temperatura generalmente superior a 190 °C. Estas condiciones son necesarias para favorecer reacciones de condensación y eliminación de las moléculas más ligeras (agua) como producto (Jian *et al.*, 2020).

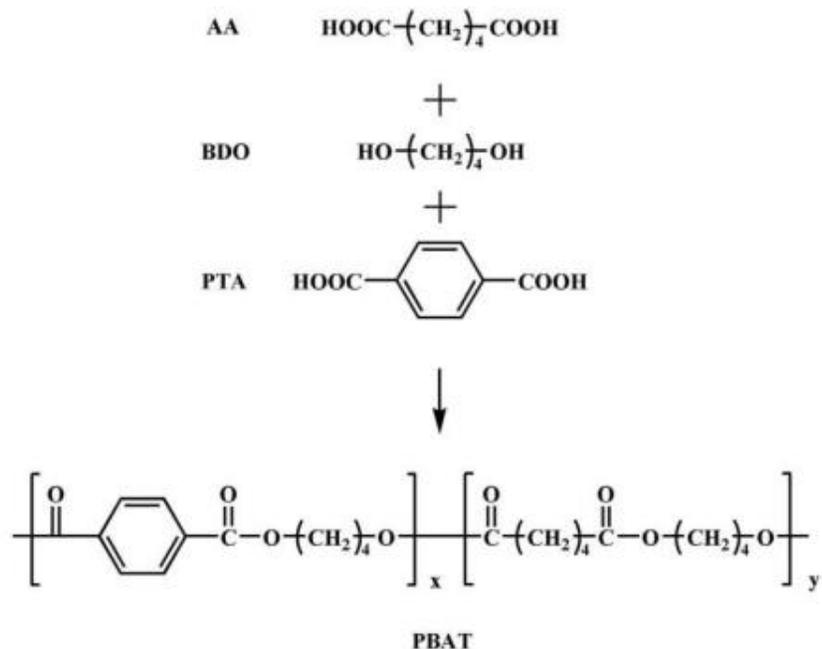


Figura 2.14 Diagrama esquemático de síntesis de PBAT (Jian *et al.*, 2020)

2.5.3.2 Biodegradabilidad del PBAT

El PBAT puede ser degradado por agentes biológicos (actinomicetos, bacterias, hongos) y agentes físicos (procesos bioquímicos) en entornos aeróbicos y anaeróbicos definidos por las normas ASTM. Es biodegradable debido a la presencia de grupos alifáticos (Kanwal *et al.*, 2022). Además, se puede afirmar que el material PBAT cumple con los criterios de evaluación de las características del material, biodegradación, desintegración y calidad del compost, que se describen en normas ASTM. (Jian *et al.*, 2020). Por lo tanto, se puede concluir que PBAT es totalmente compostable.

La biodegradación del PBAT depende de su estructura química y de las condiciones ambientales degradantes. Puede ser biodegradado por la acción enzimática de microorganismos como bacterias, hongos y algas presentes en el entorno natural. Existen distintas características que desempeñan un papel importante en la degradación enzimática del PBAT como la temperatura (60 °C) y el medio de degradación (Ferreira *et al.*, 2019).

2.5.3.3 Aplicaciones del PBAT

Durante las últimas dos décadas se ha llevado a cabo una gran cantidad de investigaciones en el campo del PBAT, lo que ilustra su importancia. Sin embargo, la investigación y el desarrollo son sólo una parte del ciclo de vida del producto. El producto real comienza

cuando las ciencias se aplican a un producto en específico. Actualmente el PBAT se está utilizando ampliamente para la fabricación de bolsas, películas para mantillo, láminas laminadas y plásticos para envolver alimentos (Kanwal *et al.*, 2022).

2.6 Incorporación de los complejos de inclusión en una matriz polimérica

Los empaques activos suelen estar formados por moléculas activas y una matriz polimérica. Por lo tanto, en este caso, la totalidad del material de envasado puede considerarse como un sistema de soporte para los principios activos. Normalmente, la extrusión se utiliza para producir películas a partir de sólidos, mientras que la fundición con disolventes se utiliza para producir películas a partir de soluciones (Wang *et al.*, 2022).

Extrusión y moldeo por compresión: El método de extrusión utiliza principalmente las propiedades termoplásticas de los materiales poliméricos para preparar los empaques. En este método, un material polimérico se calienta por encima de su temperatura de transición vítrea para formar una masa fundida, se mezcla bien y luego se pasa a través de una boquilla de forma adecuada. Posteriormente, el material resultante se enfría, lo que da lugar a la formación de una película (Figura 2.15). El uso del método de extrusión para preparar películas activas suele implicar varios pasos: alimentación, mezcla, extrusión, enfriamiento y obtención de la película activa por medio de moldeo por compresión.

En primer lugar, el material polimérico y los agentes activos se introducen en la zona de alimentación. A continuación, los materiales entran en la zona de mezcla, donde se someten a un tratamiento de amasado a alta temperatura y alta presión. Luego se calientan por encima de la temperatura de transición vítrea para fusionarse y ser extruidos (empujados) a través de la boquilla debido a las fuerzas generadas por la rotación del tornillo de extrusión. En este punto se obtienen filamentos los cuales se peletizan y posteriormente, por moldeo por compresión se da lugar a una película activa (Wang *et al.*, 2022).

La extrusión tiene una serie de ventajas potenciales, que incluyen un alto rendimiento, bajo costo, producción continua y la capacidad de procesar una amplia gama de materiales.

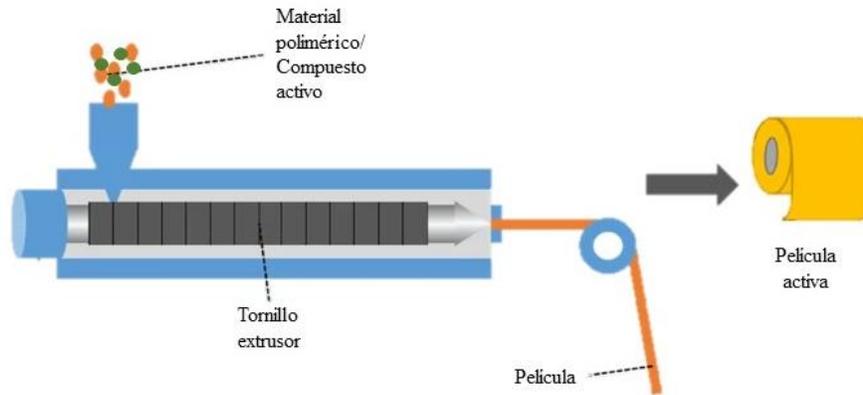


Figura 2.15 Extrusión para la obtención de películas activas. Modificado de (Wang et al., 2022)

2.7 Pruebas de almacenamiento de productos frutihortícolas

La calidad de los productos frutihortícolas constituye un punto clave para llegar al consumidor con una fruta de calidad apta para su consumo y así mismo evitar que sea desperdiciada. Esta es definida por una serie de factores que afectan al producto durante su cosecha, poscosecha y almacenamiento. La calidad depende de una serie de factores como son color, firmeza, ausencia de daños, balance dulzor/acidez y aroma (Franca, 2017).

Los productos frutihortícolas se caracterizan por ser muy perecibles después de su cosecha. De las principales causas de deterioro están: pudriciones, deshidratación, pérdida de firmeza, pérdida de apariencia, desarrollo de desórdenes y calidad sensorial. Existen diversos parámetros fisicoquímicos que permiten la determinación de la calidad de productos frutihortícolas para su evaluación, los cuales se describen a continuación:

Color: El color interno y externo cambia a medida que los productos maduran. El color de la piel es uno de los métodos más antiguos para determinar la madurez de la fruta. Para realizar la medición se utiliza un aparato denominado colorímetro. La función del colorímetro es describir la coloración de la fruta entre parámetros L^* , a^* , b^* , siendo el estándar C.I.E. $L^*a^*b^*$ (Brezmes-Llecha, 2010).

Firmeza: La firmeza es uno de los parámetros que mejor se correlaciona con el estado de maduración de la fruta, ya que la dureza está directamente relacionada con la madurez de la muestra. Esta es, en muchos casos, un indicador bastante bueno de las propiedades texturales

y es relativamente fácil de medir mecánicamente. La firmeza se puede evaluar visualmente hasta cierto punto, por ejemplo, si un producto parece arrugado o flácido. La resistencia a una ligera presión manual sigue siendo un medio común para evaluar la firmeza. (Domene & Segura, 2014).

Sabor: El sabor es un componente importante de la calidad de la fruta fresca y dará una buena indicación del estado de madurez de la fruta y, por tanto, de su posible vida útil. Los azúcares junto con la acidez constituyen el componente principal del sabor de la mayoría de las frutas. Este parámetro se puede evaluar por medio de un análisis de contenido de sólidos solubles (TSS) y acidez pH.

Contenido de sólidos solubles (TSS): En el sector de productos frescos, el dulzor normalmente se mide en términos de contenido de sólidos solubles totales (TSS) en °Brix, que sirven para determinar el cociente total de materia seca (generalmente azúcares) disuelta en un líquido. En la mayoría de las frutas y verduras, el azúcar constituye el componente principal de los TSS, por lo que es un indicador razonable del porcentaje de niveles de azúcar. Los TSS se miden utilizando un refractómetro o un hidrómetro.

Acidez (Ph:) La acidez es un factor fundamental que afecta al sabor. La fruta contiene diferentes ácidos orgánicos libres o en forma de nutrientes. Los ácidos se degradan rápidamente después de la recolección si la fruta se mantiene a temperatura ambiente. La relación entre azúcares y ácidos es clara y se observa una evolución inversa en sus respectivas concentraciones: mientras los azúcares aumentan con la madurez, los ácidos disminuyen (Valero & Ruiz, 1998). Por ello han sido propuestos diversos índices de calidad que engloban el efecto de ácidos y azúcares en el sabor de la fruta.

Capítulo 3 . Metodología

En esta sección se mencionan los materiales que se utilizaron en la parte experimental del presente proyecto, además de que se explican los métodos empleados para lograr realizar la producción de los complejos de inclusión (IC-U y IC-K), las películas activas (PBAT- β CD, PBAT-IC-U y PBAT-IC-K) y el diseño del prototipo del empaque activo. Finalmente se mencionan las técnicas de caracterización por las cuales se analizaron dichos complejos de inclusión, películas activas y empaques activos, con la finalidad de llevar a cabo los objetivos planteados en la sección de las generalidades.

3.1 Materiales

La β -ciclodextrina (β -CD > 97 % de pureza) utilizada se adquirió de Sigma-Aldrich Corp (Saint Louis, MO, EE. UU.). El aceite esencial de clavo (EOCI) se compró de Hersol, S.A. de C.V. (Estado de México). El tereftalato de adipato de polibutileno (PBAT) utilizado como polímero biodegradable se adquirió de Jin Hui Zhao Long High Tech Co. Ltd. Los arándanos azules se compraron de Berry lovers (Growers unión L.L.O. Laredo, TX USA).

3.2 Metodología

A continuación, se mencionan los métodos y equipos empleados para lograr realizar la producción de los complejos de inclusión (IC-U y IC-K), las películas activas (PBAT- β CD, PBAT-IC-U y PBAT-IC-K) y el diseño del prototipo del empaque activo.

3.2.1 Producción de los complejos de inclusión de β -ciclodextrinas

Los complejos de inclusión (IC) se produjeron mediante dos métodos, ultrasonido y amasado, en relación molecular (2:1) de β -ciclodextrina (β -CD) y aceite esencial de clavo (EOCI) respectivamente. La relación molecular (2:1) fue elegida debido a la morfología de las moléculas de β -ciclodextrina.

3.2.1.1 Método de ultrasonido

El ultrasonido es una tecnología no térmica que tiene la posibilidad de complejar moléculas. Este es un método de alta eficiencia, que se caracteriza por su ahorro de energía y ser

amigable con el medio ambiente (Sun *et al.*, 2021). Este método se basa en el uso de ondas de sonido para agitar las partículas de una muestra líquida, generando millones de burbujas microscópicas que producen condiciones extremas de cavitación, que favorecen la transferencia de masa entre los reactivos y por ende potencian en gran medida a las reacciones químicas.

Para la producción de los complejos de inclusión por el método de ultrasonido (IC-U) el equipo utilizado fue una punta de ultrasonido QSonica modelo Q500 (Figura 3.1).

Se siguió la metodología de Shen *et al.* (2023) con algunas modificaciones. Para obtener una relación molecular (2:1) de β -ciclodextrina (β -CD) y aceite esencial de clavo (EOCl), se prepararon dos soluciones. Para obtener la solución 1, se mezcló β -CD y etanol al 80% en una relación molar 1:10, durante 15 min en una parrilla eléctrica con un agitador magnético. La solución 2 se preparó con EOCl y etanol en relación molecular (1:7) respectivamente. La solución 1 se colocó en un baño de hielo y posteriormente en la punta de ultrasonido. Las condiciones de la operación fueron; potencia ultrasónica de 500 w y 20 Hz, intervalo de pulso de 1 s, amplitud del 50% y se sonicó en un tiempo de 30 min. Durante los primeros 7 min se añadió 1 ml por min de la solución 2. La solución 1 se mantuvo en agitación constante con un agitador magnético durante los 7 min que tomó la adición de la solución 2.



Figura 3.1 Equipo utilizado para la producción de complejos de inclusión por el método de ultrasonido.

Una vez terminado el tiempo de sonicado, la mezcla se dejó reposar a 6 °C durante 24 h. Posterior a esto la mezcla se filtró y se secó a 65 °C durante 24 h. Finalmente el material se

molió, se almacenó a temperatura ambiente y se etiquetó como IC-U por sus siglas en inglés (Figura 3.2).

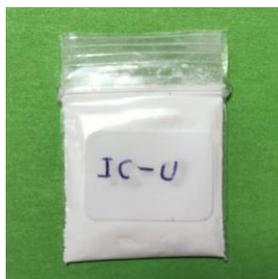


Figura 3.2 Complejos de inclusión obtenidos por el método de ultrasonido (IC-U)

3.2.1.2 Método de amasado

Este método es efectivo para complejar moléculas de ciclodextrina. Consiste una mezcla de la ciclodextrina, la molécula huésped y un líquido para formar una pasta, que es amasada manualmente hasta que el mecanismo de inclusión se complete por medio de la fuerza mecánica.

Los complejos de inclusión producidos por el método de amasado (IC-K), se obtuvieron mezclando β -CD y EOCl en relación molar (2:1), en un mortero de porcelana (Figura 3.3) durante 10 min según la metodología de Flores-Silva et al. (2023).



Figura 3.3 Método de amasado para la producción de los complejos de inclusión (IC-K)

Posteriormente, se agregó etanol a la mezcla hasta obtener una pasta homogénea, que fue amasada durante 10 min adicionales. Después, los IC se mantuvieron en un desecador con gel de sílice a temperatura ambiente (25 °C) durante 24 h para que se secan. Finalmente, se molieron, se etiquetaron como IC-K, por sus siglas en inglés, y se almacenaron a temperatura ambiente (Figura 3.4).



Figura 3.4 Complejos de inclusión obtenidos por el método de amasado (IC-K)

3.2.2 Producción de películas activas

Para llevar a cabo la producción de las películas activas, se realizó un proceso de extrusión y moldeo por compresión, el cual es descrito a continuación.

3.2.2.1 Extrusión

La extrusión es el proceso en el cual los polímeros mediante la acción del prensado, fusión, moldeado, y empuje de los materiales a temperatura y presión elevadas y controladas se procesan, a través de tornillos que giran a velocidad constante, hasta obtener un producto con la forma deseada (Maniruzzaman *et al.*, 2012).



Figura 3.5 Extrusor de doble tornillo Brabender

Para obtener las películas activas, se prepararon mezclas de PBAT con β -CD, IC-U y IC-K al 3 % en peso, respectivamente. Cada mezcla se procesó en un extrusor de doble tornillo (Brabender, Hackensack) (Figura 3.5) a 30 rpm, 120°C y un tiempo de residencia de 5.22 min para obtener filamentos de cada mezcla (Figura 3.6). Posterior a esto, los filamentos

obtenidos se procesaron en una peletizadora (64 Bulet), para obtener pellets de cada muestra (Figura 3.7) los cuales fueron etiquetados y almacenados para su posterior procesamiento.



Figura 3.6 Filamentos obtenidos durante la extrusión a) PBAT b) PBAT-BCD c) PBAT-IC-U d) PBAT-IC-K.



Figura 3.7 Pellets obtenidos de las muestras a) PBAT b) PBAT-BCD c) PBAT-IC-U d) PBAT-IC-K

3.2.2.2 Moldeo por compresión

Para obtener películas activas de 15x15 cm con un espesor de 0.5 mm, se utilizó una prensa hidráulica PHI (Q230M) (Figura 3.8). Los pellets previamente obtenidos (PBAT, PBAT- β CD, PBAT-IC-U y PBAT-IC-K) se secaron en una estufa a 40 °C durante 24 h, para evitar burbujas en el proceso de moldeo. Se utilizaron 17 g de cada muestra para su procesamiento. En el proceso de calentamiento (fundido del material), las condiciones de operación fueron; temperatura de 130 °C, 5 min sin presión para fundir el material y 5 min con una presión de 20 t.



Figura 3.8 Prensa hidráulica PHI (Q230M)

Posteriormente, las placas se colocaron en una prensa hidráulica de enfriamiento con flujo de agua, por 10 min con 25 t de presión. Finalmente, se obtuvieron 5 películas activas de cada material las cuales se etiquetaron y almacenaron (Figura 3.9).

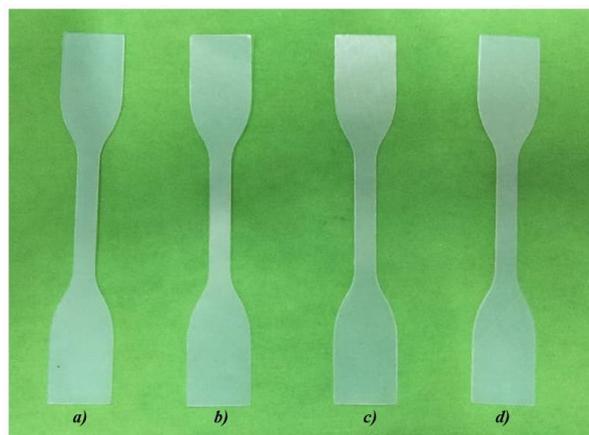


Figura 3.9 Muestras de las películas activas a) PBAT b) PBAT- β CD c) PBAT-IC-U d) PBAT-IC-K

3.2.3 Diseño del prototipo del empaque activo

Las películas activas obtenidas anteriormente (PBAT, PBAT- β CD, PBAT-IC-U y PBAT-IC-K) se cortaron en rectángulos de 12x6 cm, para obtener prototipos de bolsas de empaques que fueron selladas con una prensa hidráulica PHI (Q230M) (Figura 3.8), a una temperatura de 130 °C sin presión. Finalmente, se obtuvieron un total de 10 empaques por cada muestra (Figura 3.10).

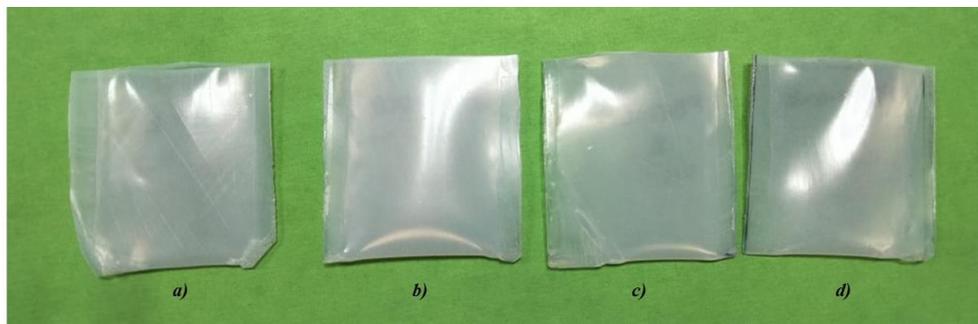


Figura 3.10 Prototipos de empaques activos a) PBAT b) PBAT-BCD c) PBAT-IC-U d) PBAT-IC-K

3.3 Técnicas de caracterización

En esta sección se mencionan las técnicas de caracterización y equipos con los cuales se analizaron los complejos de inclusión, películas activas y empaques activos previamente mencionados.

3.3.1 Caracterización térmica

La caracterización o análisis térmico, consiste en un conjunto de técnicas que miden las propiedades físicas de una muestra en función del tiempo al ser sometida a cambios de temperatura.

3.3.1.1 Análisis termogravimétrico (TGA)

Esta técnica de caracterización se utiliza para obtener información térmica y química de una muestra o material. Este análisis registra la variación de la pérdida de masa de una muestra en una atmosfera controlada a medida que se incrementa la temperatura. Con esta técnica se pueden determinar factores como la temperatura de volatilización de los materiales, el porcentaje de pérdida de peso en relación con la temperatura, así como su estabilidad térmica (Mura, 2015). Todo esto se logra mediante el registro del peso de la muestra en una balanza de alta sensibilidad durante el calentamiento de ésta, el cual se lleva a cabo en una atmosfera de nitrógeno (N_2), oxígeno (O_2), o aire. Una de las características fundamentales de esta técnica es que permite detectar los cambios que se produzcan en cuanto a variación de peso tales como descomposiciones, reducciones, o sublimaciones.



Figura 3.11 Equipo TGA Q500 (TA Instruments, EE. UU.)

El análisis termogravimétrico de (TGA) de las muestras β -CD, EOCl, IC-U, IC-K y de las películas activas (PBAT, PBAT- β CD, PBAT-IC-U y PBAT-IC-K), se realizó utilizando un equipo TGA Q500 (TA Instruments, EE. UU.) (Figura 3.11). En el cual se pesaron muestras de 8 a 35 mg en recipientes de platino y se calentaron de 30 a 600 °C, a una velocidad de calentamiento de 10 °C/min bajo un flujo de nitrógeno de 50 ml/min. La pérdida de peso (WL) se calculó empleando el software TA Instruments Universal Analysis 2000.

3.3.1.2 Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

Esta técnica permite determinar la cantidad de calor o energía que absorbe o libera una muestra o material durante un cambio en su fase. Se basa en el principio de los cambios en la energía térmica en donde una muestra produce un flujo de calor detectable. Este flujo de calor se mide en base a la cantidad de calor absorbido o liberado por la muestra durante un proceso de calentamiento o enfriamiento. Cada cambio en la muestra, ya sea una transición de fase, una fusión, una cristalización o cualquier otro cambio, tiene una entalpía asociada (Abarca *et al.*, 2016).



Figura 3.12 Equipo DSC-Q2000 (TA Instruments, New Castle, EE. UU.)

El análisis de calorimetría diferencial de barrido (DSC) se ejecutó en un DSC-Q2000 (TA Instruments, New Castle, EE. UU.) (Figura 3.12) siguiendo la norma ASTM D-3418. Las curvas de DSC se obtuvieron sometiendo de 10 a 11 g de muestra, a un único ciclo de calentamiento de 0 a 300 °C con una velocidad de calentamiento de 10 °C/min para las muestras β-CD, EOCl, IC-U, IC-K y calentamiento-enfriamiento-calentamiento para las películas activas (PBAT, PBAT-βCD, PBAT-IC-U y PBAT-IC-K) de -50 a 200 °C con una velocidad de calentamiento de 10 °C/min.

El porcentaje de cristalinidad de las películas se estimó mediante la Ecuación 3.1.

$$X_C(\%) = \frac{\Delta H_f}{\Delta H_{100\%}(1 - W_W)} * 100 \quad \text{Ecuación. 3.1}$$

Donde ΔH_f es la entalpia de fusión obtenida del segundo calentamiento, $\Delta H_{100\%}$ es la entalpia de fusión de PBAT 100% cristalino (114 J/g) (Mohanty & Nayak, 2010), y W_W es la fracción en peso de IC adicionado (0.03).

3.3.2 Análisis de espectroscopia infrarroja (FTIR)

Esta técnica está basada en la excitación de los modos de vibración y rotación molecular de los enlaces entre los átomos de los grupos funcionales que componen el material, al ser irradiados con un haz de luz infrarroja (Sarmiento, 2022). Con esta técnica se puede obtener información acerca de los grupos funcionales que están presentes en la muestra analizada, a partir de bandas características de tensión y flexión de los enlaces de cada grupo funcional.

Además, se puede comparar el espectro del compuesto desconocido con los espectros de compuestos puros que contienen todos los grupos funcionales de la primera etapa.



Figura 3.13 Espectrofotómetro de infrarrojo Thermo Nicolet modelo IS-50

El análisis de espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) de las muestras (β -CD, EOCl, IC-U y IC-K) y de las películas activas (PBAT, PBAT- β CD, PBAT-IC-U y PBAT-IC-K) se realizó mediante un espectrofotómetro de infrarrojo Thermo Nicolet modelo IS-50 (Figura 3.13). Con un accesorio de reflectancia total atenuada (ATR). Los espectros se registraron en el rango de 4000 a 500 cm^{-1} .

3.3.3 Análisis de difracción de rayos X (XRD)

Un difractómetro de rayos X es un instrumento que se utiliza para la identificación de las estructuras cristalinas de muestras sólidas, proporcionando coordenadas de los átomos que constituyen la muestra, obteniendo información sobre la descripción geométrica de las distancias y ángulos de enlace, ángulos de torsión, interacciones intermoleculares y la simetría con la que se empaquetan para formar el cristal (Sarmiento, 2022).

La estructura polimórfica de las muestras (β -CD, EOCl, IC-U y IC-K) y de las películas activas (PBAT, PBAT- β CD, PBAT-IC-U y PBAT-IC-K), se identificó utilizando un difractómetro Siemens modelo D5000 (Figura 3.14), que opera con radiación Cu $K\alpha$ a 35 Kv y una intensidad de corriente de 25 mA. Las muestras se escanearon en un rango angular de 5-45° (2θ) con un paso angular de 0.05° y 3 s de paso a paso.



Figura 3.14 Difractometro Siemens modelo D5000

3.3.4 Análisis de microscopía electrónica de barrido (SEM)

Esta técnica permite la caracterización de la morfología de una muestra sólida, que generalmente es recubierta con una capa delgada de metal como el oro-paladio para darle propiedades conductoras a la muestra. Se basa en la utilización de un haz de electrones de energía que incide sobre una muestra, para producir imágenes de alta definición (Mura, 2015).

La morfología de los complejos de inclusión y las películas activas se observó utilizando un microscopio electrónico de barrido JEOL JCM6000 (Figura 3.15). Las muestras β -CD, IC-U, IC-K fueron recubiertas con oro-paladio para lograr una evaluación correcta, el aparato funcionó a 10 kV. Las imágenes se obtuvieron con una ampliación de 200x, 500x, 1000x, 1500x y 2000x.

Para la evaluación de la morfología de las películas activas (PBAT, PBAT- β CD, PBAT-IC-U y PBAT-IC-K), las muestras fueron criofracturadas, para analizar la superficie de fractura, y recubiertas con oro-paladio. Para lograr una evaluación correcta, el aparato funcionó a 10 Kv. Las imágenes se obtuvieron con una ampliación de 125x, 200x, 500x, 1000x, 2000x y 5000x.



Figura 3.15 Microscopio electrónico de barrido JEOL JCM6000

3.4 Evaluación de las propiedades mecánicas de las películas activas

Esta técnica permite evaluar las propiedades funcionales de los materiales poliméricos, por medio de ensayos de tensión. De acuerdo con Walter M. Matsumoto, Robert A. Skillman. et. al. 2004 el ensayo de tensión directa es el único que satisface la condición de tensión uniaxial en la que se basa la definición de tensión de tracción.

Esta prueba consiste en moldear probetas de acuerdo con normas, las cuales indican la forma, dimensiones y acabado superficial que pueden adoptar distintos tipos de probetas para el ensayo. Luego se aplica una fuerza de tracción a la muestra en la dirección del eje longitudinal hasta que el material falla. A partir del conocimiento de la carga última sostenida por la muestra y el área de la sección transversal sobre la que actúa se puede calcular la resistencia a la tracción, la relación que hay entre la deformación elástica y el nivel esfuerzo que la produce (módulo de Young) y el máximo esfuerzo que el material soporta sin romperse (resistencia a la rotura) (Abril, 1975).

Las propiedades mecánicas se evaluaron en una máquina de ensayo de tracción Instron, modelo 4301 (Figura 3.16), a una velocidad de extensión de 500 mm/ mín., siguiendo ASTM D-638. Para cada muestra, se evaluaron seis sondas Tipo IV de 115 mm (largo) \times 7 mm (ancho) \times 0.5 mm (grueso).

El módulo de Young (YM) se calculó a partir de la pendiente de la región lineal en la curva tensión-deformación. La tensión (TS) se calculó como la relación entre la fuerza máxima en el punto de fractura y el área de la sección transversal (espesor por ancho). El punto de fractura (%E) se calculó dividiendo la longitud lograda en el momento de la rotura por la longitud original de la sonda y se expresó como porcentaje.



Figura 3.16 Máquina de ensayo de tracción Instron, modelo 4301

3.5 Pruebas de biodegradabilidad de las películas activas

Las pruebas de biodegradabilidad de las películas activas se realizaron en condiciones de compostaje. Se cortaron muestras cuadradas de 25x25 mm de las películas activas y se registró su peso inicial. Se utilizaron frascos de plástico con orificios, los cuales se rellenaron con 1.5 cm de composta orgánica (eco sustrato, Tlalpan CDMX). Posteriormente, se colocó la muestra de la película activa (Figura 3.17), seguido de esto se colocó 1cm de sustrato de hojas de árbol y 1 cm de composta (Figura 3.18). Se utilizaron 20 ml de agua destilada para humedecer el sustrato y se revolvió para homogenizarlo.

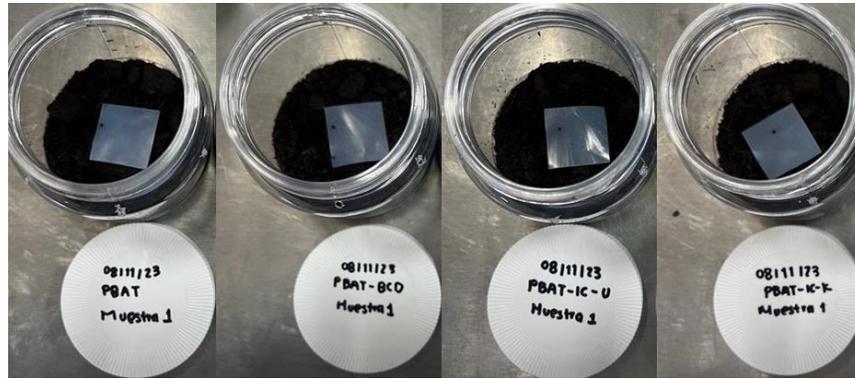


Figura 3.17 Muestras de las películas activas en compostaje.

Posteriormente los frascos se almacenaron a 60 °C y 60 % RH. Se realizó duplicado por cada muestra. La humedad se monitorio con un higrómetro (Termómetro higrómetro digital LDC HTC-2), las muestras se tamizaron con un tamiz de apertura de malla de 2.0 mm y el peso de las muestras se monitorio con una balanza analítica (OHAUS modelo Discovery).



Figura 3.18 Composta de las películas activas.

El grado de desintegración de se determinó de acuerdo con la norma ISO 20200 y se calculó de acuerdo con la ecuación 3.2.

$$D = \frac{m_i - m_r}{m_i} * 100 \quad \text{Ecuación. 3.2}$$

Donde:

D = grado de desintegracion (%),

m_i = materia seca inicial del material de prueba,

m_r = materia seca residual del material de prueba recuperado en el tamizado

3.6 Análisis de la vida de anaquel de arándanos azules en el empaque activo

La evaluación de la efectividad de los empaques activos se realizó mediante pruebas de almacenamiento, mediante un análisis fisicoquímico y de atributos organolépticos, en donde se evaluó la vida de anaquel de arándanos azules durante 28 días. Se colocaron arándanos azules en los empaques activos previamente realizados y se sellaron con una prensa hidráulica PHI (Q230M) (Figura 3.8). Los empaques obtenidos (Figura 3.19) se etiquetaron y almacenaron a temperatura ambiente (22 °C y 80% RH) y en refrigeración (2 °C y 40% RH). Se realizaron análisis fisicoquímicos y evaluación de atributos organolépticos al inicio (día 0) y a los 3, 7, 14, 21 y 28 días de almacenamiento.



Figura 3.19 Arándanos azules en los empaques activos PBAT, PBAT-BCD, PBAT-IC-U y PBAT-IC-K

3.6.1 Peso

La evaluación del peso de los arándanos azules, se realizó utilizando una balanza analítica (OHAUS modelo Discovery), registrando su peso al inicio (día 0) y posteriormente a la toma de cada muestra durante los 28 días del estudio.

El porcentaje de pérdida de peso (WL) se calculó de acuerdo con la Ecuación 3.3.

$$WL = \frac{(m_1 - m_2)}{m_1} * 100 \quad \text{Ecuación. 3.3}$$

Donde m_1 es el peso inicial de las muestras en el día 0 y m_2 es el peso final de las muestras en el día 28.

3.6.2 Sabor

- **Contenido de sólidos solubles (° Brix):** Los °Brix sirven para determinar el porcentaje de azúcar o sacarosa disuelta en una muestra líquida, y por lo tanto para conocer los niveles de azúcares presentes en productos frutícolas, que son

indicativos del nivel de maduración de los productos frutihortícolas. Para llevar a cabo la medición, los arándanos azules de cada empaque se molieron con el objetivo de obtener una pasta homogénea. Posteriormente se tomó una alícuota que se analizó con un refractómetro Atago Hand-held Refractometer N-1 (figura 3.20).



Figura 3.20 Refractómetro (Atago Hand-held Refractometer N-1)

- **Potencial de Hidrogeno (pH):** El pH es una medida que sirve para indicar el grado de acidez o alcalinidad de una muestra generalmente líquida. En productos frutícolas indica el estado de maduración de acuerdo a su nivel de acidez, por lo cual se decidió evaluarlo. Para esto, se utilizó la pasta de arándanos obtenida previamente, la cual se evaluó utilizando un potenciómetro Termo Scientific modelo Orion (Figura 3.21).



Figura 3.21 Potenciómetro (Termo Scientific, Orion)

3.6.3 Color

Para la evaluación del color se utilizó un espectrofotómetro portátil ColorEyeE modelo XTH (Figura 3.23). Se llevaron a cabo dos evaluaciones de color para las muestras de arándanos azules para las cuales se midieron los parámetros L^* , A^* y B^* , siendo el estándar C.I.E. $L^*a^*b^*$ (Figura 3.22). La luminosidad viene descrita por L^* . El color negro representa una luminosidad de 0 mientras que el blanco presenta una luminosidad de 100. Los parámetros a^* y b^* se utilizan para evaluar la saturación y el tono.

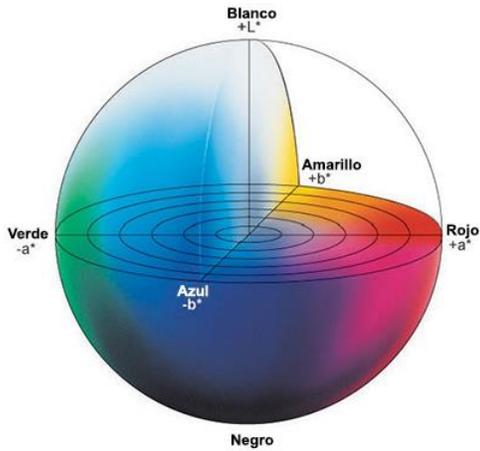


Figura 3.22 Estándar C.I.E.L*a*b*



Figura 3.23 Espectrofotómetro portátil ColorEye modelo XTH

3.6.4 Diámetro

Esta medición se realizó con el objetivo de determinar si existía algún cambio en el diámetro de las muestras de arándanos azules durante su almacenamiento en los empaques activos. Para llevar a cabo la medición del se utilizó un instrumento de medición vernier Mitutoyo (Figura 3.24).

El porcentaje de pérdida de diámetro (DL) se calculó de acuerdo con la Ecuación 3.4.

$$DL = \frac{(D_1 - D_2)}{D_1} * 100 \quad \text{Ecuación. 3.4}$$

Donde D_1 es el promedio del diámetro inicial de las muestras en el día 0 y D_2 es el promedio del diámetro final de las muestras en el día 28.



Figura 3.24 Instrumento de medición vernier Mitutoyo

3.6.5 Aspecto visual

La textura y aspecto de los arándanos azules se evaluó, para tener un control de la descomposición de la muestra durante su almacenamiento en los empaques activos, para lo cual se tomaron fotografías para su análisis. Se evaluaron parámetros de deshidratación visual y severidad de pudrición de acuerdo a Defilippi Bruzzone et al. 2018.



Figura 3.25 Escala de deshidratación visual

La deshidratación visual se evaluó con la escala mostrada en la Figura 3.25 y la severidad de pudrición se evaluó visualmente de acuerdo la Figura 3.26.



Figura 3.26 Severidad de pudrición (Defilippi et al., 2020)

Capítulo 4 . Presentación y discusión de los resultados

En esta sección se realiza la presentación y discusión de resultados obtenidos de las técnicas de caracterización mencionadas anteriormente. Se realizó la caracterización de β -CD, EOCl y los complejos de inclusión IC-U y IC-K, con el objetivo de conocer sus características y determinar la formación exitosa de los complejos de inclusión. Además, se realizó la caracterización de los empaques activos con el objetivo de corroborar si existió una buena dispersión de los aditivos (β -CD, IC-U y IC-K) en el polímero PBAT o si estos modificaron sus propiedades térmicas, morfológicas, mecánicas o de biodegradabilidad. Finalmente, se llevo a cabo un análisis de la vida de anaquel de arandanos azules almacenados en los empaques con el objetivo de evaluar el efecto de los empaques activos en la conservación de un alimento perecedero.

4.1 Caracterización de β -CD, EOCl y los complejos de inclusión IC-U y IC-K.

El EOCl, la β -CD y los complejos de inclusión obtenidos por el método de ultrasonido y amasado se caracterizaron mediante TGA, DSC, FTIR, DRX y SEM con el objetivo de conocer sus características y corroborar la formación del complejo de inclusión.

4.1.1 Análisis de espectroscopia infrarroja (FTIR)

La espectroscopia infrarroja se puede utilizar para estimar la interacción entre la ciclodextrina y las moléculas invitadas. De esta manera, los complejos de inclusión pueden demostrarse mediante el estudio del cambio o desaparición de las vibraciones de estiramiento y flexión de los grupos funcionales de la molécula huésped una vez complejados (Kong *et al.*, 2023).

La figura 4.1 muestra el espectro FTIR de las muestras de EOCl, β -CD, IC-U y IC-K. El espectro de EOCl presenta los picos característicos; A 3525 cm^{-1} se atribuye al estiramiento de O-H, en los picos de $2924\text{-}2863\text{ cm}^{-1}$ se encuentra el estiramiento C-H, en 1612 , 1511 y 1426 cm^{-1} se encuentran picos atribuidos al estiramiento C=C del anillo aromático, 1267 y 1035 cm^{-1} corresponden a la vibración C-O, 916 cm^{-1} debido a la flexión O-H y también 853 y 793 cm^{-1} debido a la flexión C-H del anillo aromático (Hasheminejad *et al.*, 2019).

En el espectro de β -CD se muestran los picos característicos de las β -ciclodextrinas, a 3311 cm^{-1} se muestra la vibración del estiramiento simétrico y asimétrico de los grupos O-H, a 2918 cm^{-1} se encuentra la vibración del estiramiento C-H, en 1648 cm^{-1} se muestra la flexión de H-O-H y en los picos 1155 y 1026 cm^{-1} se atribuyen a las vibraciones de estiramiento asimétrico y simétrico de C-O-C (Abarca *et al.*, 2016).

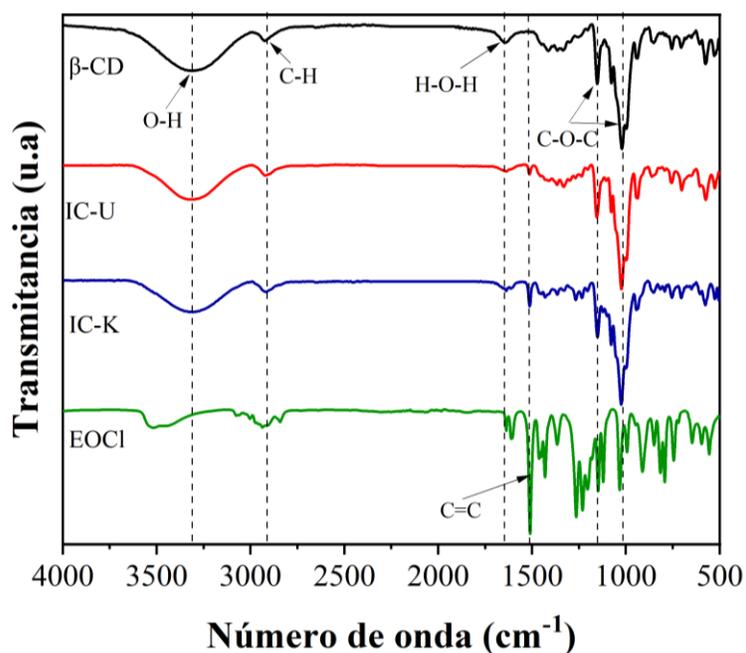


Figura 4.1 Espectros FTIR de las muestras de β -CD, IC-U, IC-K y EOCl.

Los espectros de los complejos de inclusión IC-U y IC-K muestran los picos característicos del espectro de la β -CD; sin embargo, muestran algunas modificaciones. En el pico ubicado en 3311 cm^{-1} se muestra un cambio en la forma de la vibración del estiramiento simétrico y asimétrico de los grupos O-H, al igual que en 1648 cm^{-1} en donde se puede observar una disminución de la intensidad de la banda correspondiente a la flexión de H-O-H, y de igual manera se puede observar que existe una disminución de la intensidad de las bandas 1155 y 1026 cm^{-1} que se atribuyen a las vibraciones de estiramiento asimétrico y simétrico de C-O-C, en comparación con las del espectro de la β -CD. Todas estas modificaciones en los espectros de los complejos de inclusión en relación con el espectro de la β -CD son evidencias de las interacciones anfitrión-huésped (Friné *et al.*, 2019). Además, cabe destacar que en los espectros de los complejos de inclusión IC-U y IC-K, se observa la presencia del pico aromático C=C del EOCl en la banda 1511 cm^{-1} . De acuerdo a Kong *et al.* (2023) este pico

demuestra la presencia del EOCl y por lo tanto, la formación exitosa del complejo de inclusión anfitrión-huésped (β -Ciclodextrina-Aceite Esencial).

4.1.2 Análisis de difracción de rayos x (XRD)

El análisis XRD es un método útil para la determinación de la formación de complejos de inclusión de ciclodextrinas. La formación de nuevos picos o la desaparición de picos característicos en los difractogramas, son evidencia de la complejación exitosa de la molécula huésped en la ciclodextrina (Uppal *et al.*, 2017). La Figura 4.2 muestra los difractogramas de β -CD y de los complejos de inclusión IC-U y IC-K.

El difractograma de β -CD muestra claramente su naturaleza cristalina debido a que sus picos son agudos e intensos. Los picos característicos de la β -CD están ubicados en 8.7° , 12.3° , 22.5° , 26.9° , 31.8° y 34.7° (Marques *et al.*, 2019).

Los patrones de las muestras de los complejos de inclusión muestran algunas modificaciones en comparación con el patrón de la muestra de β -CD.

El difractograma de la muestra IC-U presentó notables cambios como la aparición de diversos picos alrededor de 6.86° , una disminución de la intensidad del pico característico de la β -CD ubicado en 8.7° y la aparición de un pico en 17.6° , además se observa la desaparición de todos los picos en un rango de 25° a 45° . En el patrón de la muestra de IC-K se puede observar un aumento en la intensidad de los picos en 10.58° y 17.6° , así como una disminución en la intensidad de los picos característicos de la β -CD en 8.7° , 31.8° y 34.6° .

Además, Martínez & Gómez *et al.* (2007) reportaron que en complejos de inclusión con γ -ciclodextrina, la presencia de una señal aproximada a $2\theta = 7.6^\circ$ es propia de la estructura canal. Esto sugiere que la presencia del pico en 6.86° en el difractograma de la muestra IC-U, indica una organización molecular de estructura canal. En el difractograma de la muestra IC-K no se observa la presencia de este pico, y por lo tanto esto podría sugerir una organización molecular tipo jaula. Este mismo comportamiento se puede observar en el análisis de microscopía electrónica de barrido (SEM). Estos cambios en los difractogramas de los complejos de inclusión podrían estar relacionados con variaciones en la organización molecular de la β -CD, lo cual corrobora la formación exitosa del complejos de inclusión Abarca *et al.* (2016).

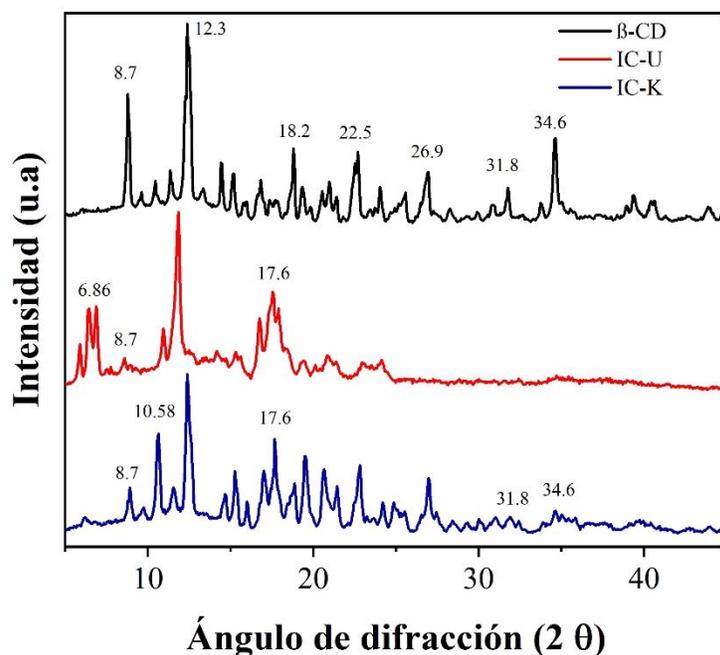


Figura 4.2 Difractogramas de β -CD y de los complejos de inclusión β -CD-Cl-U y β -CD-Cl-K

4.1.3 Análisis de microscopía electrónica de barrido (SEM)

Con el objetivo de determinar la morfología de los complejos de inclusión se realizó un análisis de microscopía electrónica de barrido. El análisis SEM permitió determinar el efecto del método de elaboración en la morfología de los complejos de inclusión. Adicionalmente, es posible demostrar indirectamente la correcta formación de los complejos de inclusión mediante modificaciones en la morfología. La Figura 4.3 muestra las micrografías de las muestras de β -CD y los complejos de inclusión IC-U y IC-K.

La muestra de β -CD presentó partículas en forma de paralelogramo de diferentes tamaños (Figura 4.3 a, b). En la superficie se observan algunas fracturas, grietas o irregularidades que ya habían sido reportadas por otros autores (Anaya-Castro *et al.*, 2017; Uppal *et al.*, 2017). También se observó la presencia de pequeñas partículas adheridas a la superficie de las partículas grandes.

Las micrografías de las muestras de los complejos de inclusión IC-U y IC-K (Figura 4.3) cambiaron en comparación con la muestra de β -CD. Los complejos de inclusión producidos por el método de ultrasonido (IC-U), mostraron partículas de forma romboidal y de menor

tamaño que IC-K sin grietas o fracturas en su superficie (Figura 4.3 c, d). Los complejos de inclusión producidos por el método de amasado (IC-K) mostraron una morfología amorfa con pequeñas grietas y fracturas en la superficie y aglomeración de las partículas (Figura 4.3 f, g)

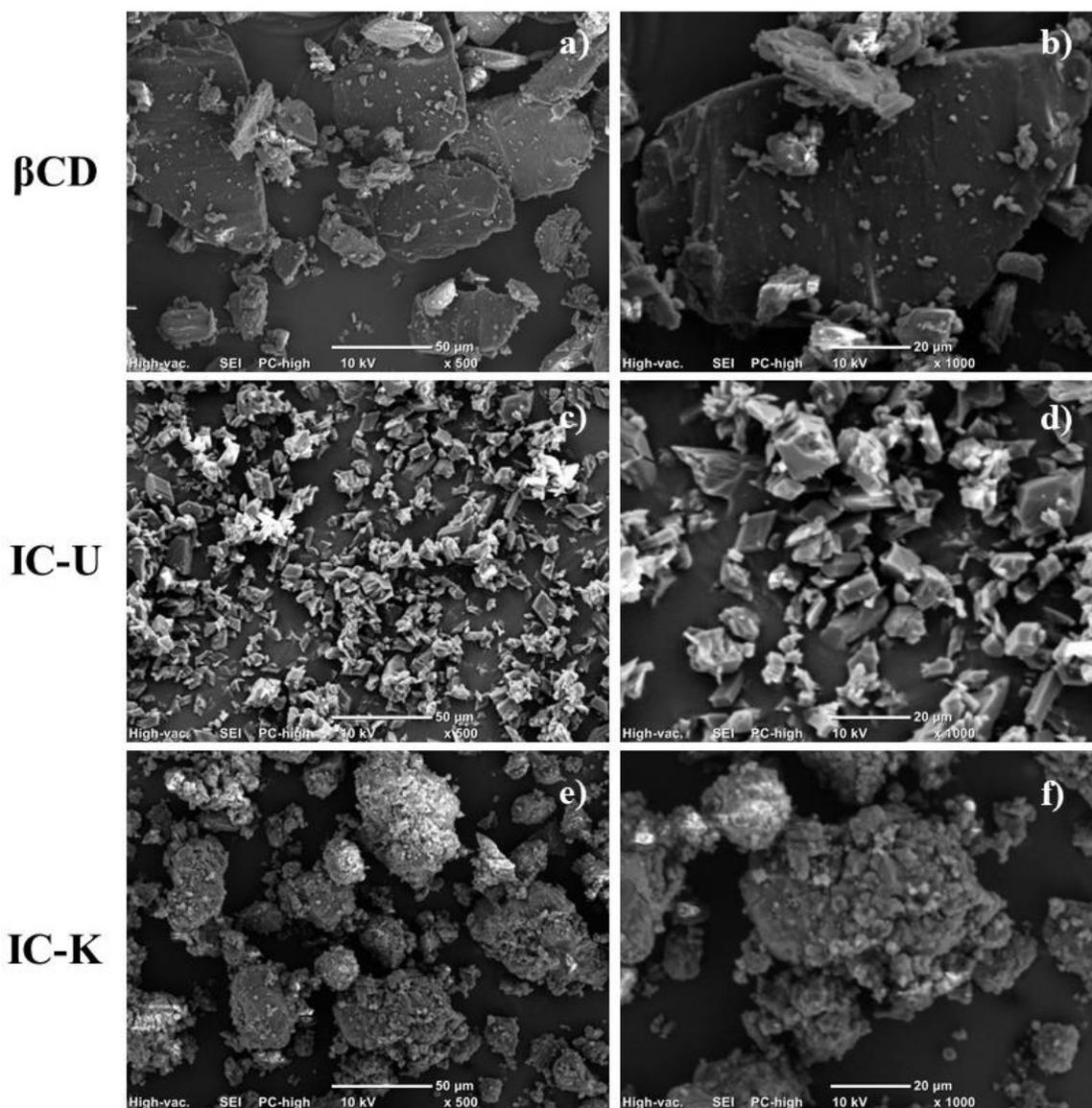


Figura 4.3 Micrografías SEM de a) β -CD x500, b) β -CD x1000, d) IC-U x500, e) IC-U x1000, f) IC-K x500 y d) IC-K x1000.

Los cambios en la morfología de los complejos de inclusión demuestran la interacción (huésped-anfitrión) entre el EOCl y la β -CD, lo que indica indirectamente la formación exitosa de los complejos de inclusión producidos por ambos métodos (Uppal *et al.*, 2017;

Yan *et al.*, 2022). Sin embargo, se ha reportado que la presencia de grietas o fracturas en la morfología de los complejos de inclusión se relaciona con una deficiente protección del aceite esencial en la β -CD (X. Yang *et al.*, 2023). Esto sugiere que en los complejos IC-K hay una menor protección del EOCl, en comparación con los complejos IC-U, debido a la presencia de grietas en la superficie.

4.1.4 Caracterización térmica

Con el objetivo de conocer la estabilidad térmica y corroborar la formación de los complejos de inclusión, se realizó una caracterización térmica de las muestras EOCl, la β -CD y los complejos de inclusión obtenidos por el método de ultrasonido y amasado por medio de técnicas como un análisis termogravimétrico (TGA) y un análisis de calorimetría diferencial de barrido (DSC), los cuales se describen a continuación.

4.1.4.1 Análisis termogravimétrico (TGA)

El análisis termogravimétrico (TGA) permite determinar la estabilidad térmica de las muestras por la pérdida de masa en función a la temperatura. Adicionalmente este análisis permite indirectamente identificar la formación de complejos de inclusión. La Figura 4.5 muestra los termogramas de las muestras EOCl, β -CD, IC-U y IC-K. El termograma correspondiente al aceite esencial de clavo (EOCl), mostro una pérdida de peso en una sola etapa a una temperatura de 176 °C, relacionada con su temperatura de descomposición. La β -CD presento un proceso de degradación térmica en dos etapas. La primera pérdida de peso de 13.39 % a ~77 °C está relacionada con la evaporación del agua presente al interior y exterior de la cavidad de la β -CD. La segunda pérdida de peso de 80.04 % a ~324 °C está relacionada con la descomposición de la β -CD (Flores-Silva *et al.*, 2023).

La curva TG del complejo de inclusión elaborado por el método de ultrasonido (IC-U) mostro un comportamiento similar a la de β -CD. Sin embargo, en la primera pérdida de peso, a 50-130 °C, el IC-U perdió 6.25 %, atribuida a la evaporación de las moléculas de agua. Esta disminución indica que las moléculas de agua presente en la cavidad de la β -CD fueron remplazadas por las moléculas de EOCl como se puede observar en la Figura 4.4, demostrando así una formación exitosa del complejo de inclusión (Marques *et al.*, 2019). A

~318 °C se observó la segunda pérdida de peso, la cual está relacionada con la descomposición del IC-U.

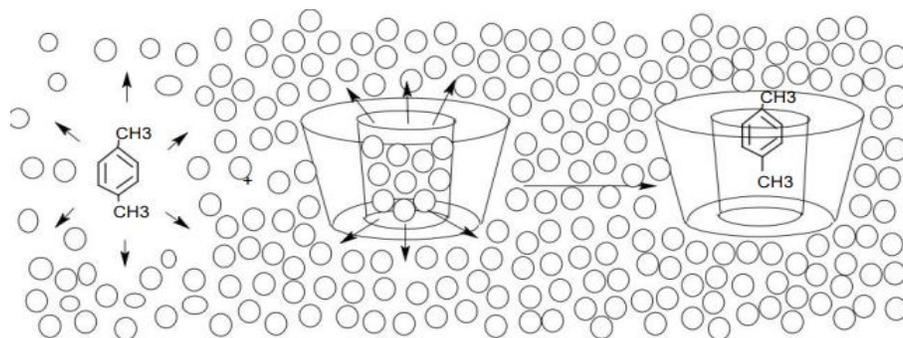


Figura 4.4 Representación gráfica de la sustitución de moléculas de agua en la cavidad de la ciclodextrina por una molécula huésped apolar (Astray et al., 2009).

La curva TG del complejo de inclusión elaborado por el método de amasado (IC-K) también presenta un proceso de descomposición en dos etapas. La primera etapa, con una pérdida de peso de 14.17 % a ~70 °C se relaciona con la evaporación del agua, y la segunda pérdida de peso de 79.63 % a ~324 °C está relacionada con la descomposición de la muestra. Cabe destacar que en esta muestra no existió una disminución en el porcentaje de pérdida de agua, esto se puede atribuir a que el agua que fue desplazada por el EOCl se encuentra en la pared hidrofílica de la β -CD. Además, los termogramas de IC-K y IC-U, no presentan evidencia de la volatilización de EOCl, lo que de acuerdo con Abarca et al. 2016 y Herrera et al. 2019 confirma la encapsulación exitosa de EOCl dentro de la estructura de la β -CD.

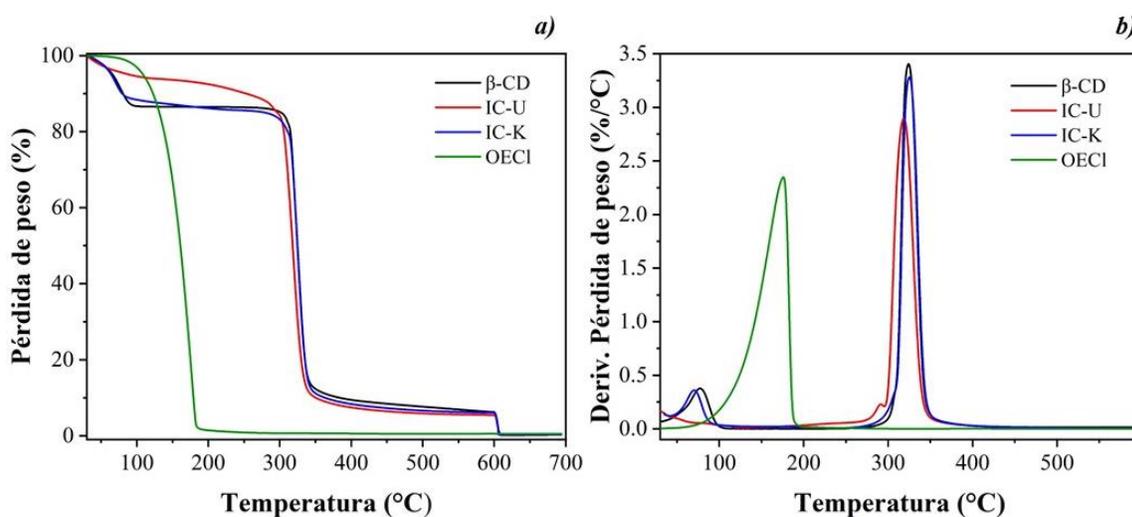


Figura 4.5 Termogramas (TGA) de muestras de complejos de inclusión a) Pérdida de peso, b) Derivada de la pérdida de peso.

4.1.4.2 Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

El análisis DSC es una técnica eficaz para estudiar la formación de complejos de inclusión con ciclodextrinas. Las curvas térmicas de las muestras de EOCl, β -CD y de los complejos de inclusión IC-U y IC-K, se muestran en la Figura 4.6 y las temperaturas de fusión y sus entalpías se muestran en la Tabla 4.1. La curva térmica de β -CD muestra un pico endotérmico agudo a 129.49 °C, que se relaciona con la estabilidad térmica de los cristales del polímero.

La muestra de los complejos de inclusión producidos por el método de ultrasonido (IC-U) presentó un endoterma amplio, con el pico máximo en 112.85 °C. Los IC-U presentaron el valor más bajo de ΔH_f y de ΔT (Tabla 4.1), lo que indica que estos cristales tienen menor estabilidad térmica y son más homogéneos.

Tabla 4.1 Propiedades térmicas de las muestras EOCl, β -CD, IC-U y IC-K

Muestra	T_f (°C)	ΔT	ΔH_f (J/g)
EOCl	147.77	-	299.84
β -CD	129.49	121.09	361.68
IC-U	112.85	81.84	186.59
IC-K	136.38	92.5	330.15

En cambio, la curva DSC de los complejos de inclusión producidos por el método de amasado (IC-K) presentó un pico endotérmico en 136.38 °C. Este termograma es más estrecho y agudo en comparación con el termograma de β -CD. Además, presento ΔH_f y de ΔT más alta en comparación con IC-U como se muestra en la Tabla 4.1. Esto se puede atribuir a que estos cristales son térmicamente más estables y menos homogéneos en comparación con la muestra IC-U.

Por otra parte, en las curvas térmicas de ambos IC no se observó la presencia de un pico relacionado con EOCl. Además, las T_f de ambos IC cambiaron en comparación con la T_f de β -CD (Tabla 4.1), esto indica la presencia de una molécula huésped en la cavidad de la β -CD y, por tanto, la formación exitosa de los IC (Flores-Silva *et al.*, 2023).

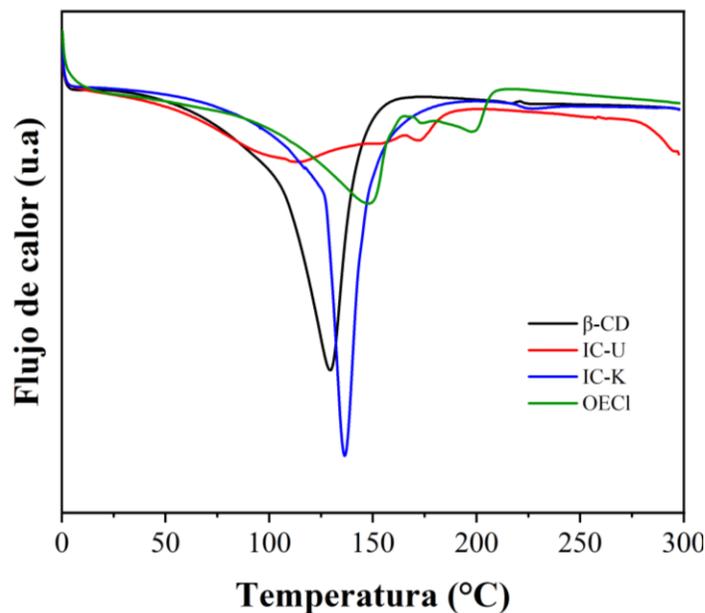


Figura 4.6 Termogramas DSC de las muestras OECl, β -CD, IC-U y IC-K

4.2 Caracterización de las películas activas y el empaque activo

Se realizó la caracterización de las películas activas y de los empaques activos con el objetivo de corroborar si existió una buena dispersión de los aditivos (β -CD, IC-U y IC-K) en el polímero base (PBAT) o si estos aditivos modificaron sus propiedades térmicas, morfológicas, mecánicas o de biodegradabilidad del polímero base.

4.2.1 Caracterización térmica

A continuación, se describen los resultados de la caracterización térmica del empaque activo los cuales muestran la dispersión de los aditivos en el polímero base PBAT y sus características térmicas.

4.2.1.1 Análisis termogravimétrico (TGA)

Los termogramas de pérdida de peso y la derivada de la pérdida de peso que describen el comportamiento térmico de las películas de PBAT, PBAT- β CD, PBAT-IC-U y PBAT-IC-K, se muestran en la Figura 4.7.

La adición de la β -CD y los complejos de inclusión IC-U y IC-K modificó la estabilidad térmica de las películas. Para las películas elaboradas con PBAT puro, la desintegración se

produjo en un solo paso, a ~ 407 °C atribuida a la descomposición térmica del material. En cambio, para las películas que contenían β -CD y los complejos de inclusión (IC-U y IC-K), la desintegración se produjo en dos etapas. La primera pérdida de peso para todas las películas activas fue a ~ 324 °C de 2.61% como se puede observar en la Figura 4.7 b, y se relaciona con la descomposición de β -CD o los IC que fueron adicionados a la matriz polimérica de PBAT. La segunda pérdida de peso para todas las películas fue a ~ 406 °C que está relacionada con la descomposición térmica del polímero como lo reportan otros autores (Mohanty & Nayak, 2010).

Estos resultados demuestran la presencia de β -CD y los complejos de inclusión en la matriz polimérica. Cabe resaltar que, los porcentajes de pérdida de peso en la primera etapa concuerdan con el porcentaje que se adicionó de β -CD o los de complejos de inclusión al polímero (3%), lo que sugiere que hubo una buena dispersión de los aditivos en el polímero PBAT.

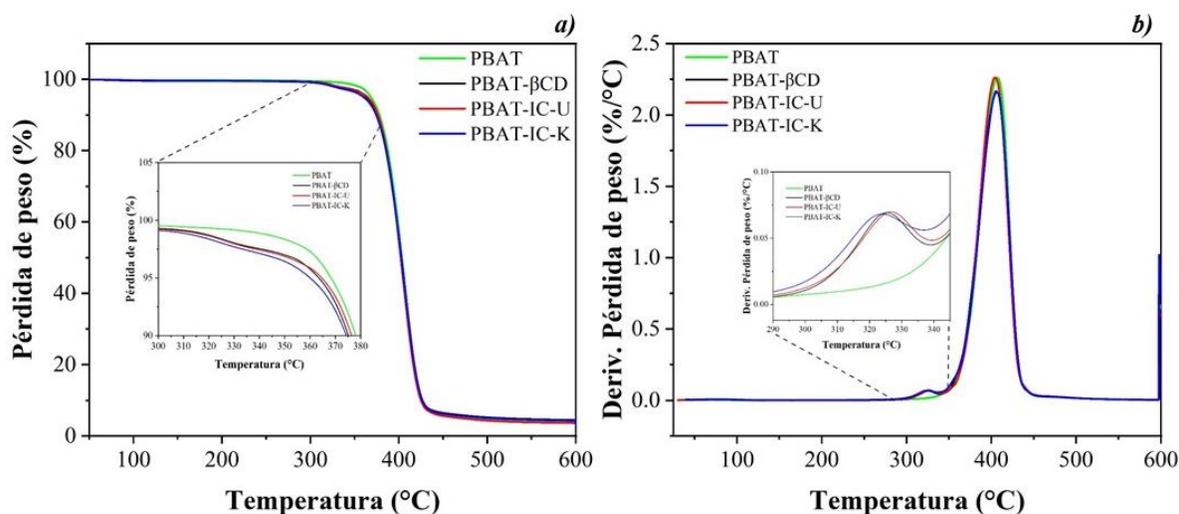


Figura 4.7 Termogramas (TGA) de películas a) Pérdida de peso, b) Derivada de la pérdida de peso.

4.2.1.2 Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

Teniendo en cuenta que la incorporación de la β -CD y los complejos de inclusión al PBAT puede afectar las propiedades estructurales y funcionales del polímero base, se realizaron análisis DSC de las películas activas para identificar los cambios en las temperaturas de cristalización y fusión. La Figura 4.8 muestra los termogramas de cristalización (enfriamiento) y de fusión (calentamiento) de las películas activas, respectivamente.

La película control (sólo PBAT) mostró los perfiles de fusión y cristalización característicos del polímero (Arruda *et al.*, 2015). También, las propiedades térmicas, la Tg y el Xc (%) estuvieron dentro de los rangos reportados por otros autores (Arruda *et al.*, 2015; Zhang *et al.*, 2020).

En las películas activas se observó que, independientemente del tipo de aditivo incorporado, todas las películas presentaron perfiles térmicos de cristalización y fusión similares al control. Sin embargo, la temperatura de cristalización se desfasó y la entalpía de cristalización incrementó ligeramente. Posiblemente, esto se deba a que los aditivos generaron puntos de nucleación cristalinos formados durante el proceso de enfriamiento. Aunque estos núcleos pueden representar una pequeña fracción cristalina, estos aumentarán la velocidad de cristalización en el segundo calentamiento, porque la estructura cristalina ya es más densa debido a los puntos de nucleación (Z. Yang *et al.*, 2010). Esto también originó un ligero incremento en la ΔH_f y el Xc (%) (Tabla 4.2).

Además, las temperaturas de fusión para todas las películas fueron similares (~ 123 °C) y por lo tanto no hubo un cambio significativo en sus entalpías de fusión.

Tabla 4.2 Propiedades térmicas y grado de cristalinidad de las películas activas

Película	Tg (°C)	Tc (°C)	ΔH_c (J/g)	Tf (°C)	ΔH_f (J/g)	Xc (%)
PBAT	-32.71	77.13	17.44	123.23	10.79	9.46
PBAT- β CD	-33.66	75.02	17.63	123.49	11.59	10.48
PBAT-IC-U	-35.56	73.75	18.07	121.39	11.26	10.18
PBAT-IC-K	-33.87	75.31	18.62	123.73	11.51	10.41

Para todas las películas de PBAT adicionadas con β -CD y complejos IC-U, IC-K, la temperatura de transición vítrea ocurrió a ~ -33 °C, lo que demuestra que la fase amorfa del PBAT no sufrió cambios debido a la presencia de los complejos de inclusión.

Estos resultados indican que la adición de β -CD, IC-U o IC-K, no modificó las propiedades estructurales y funcionales del polímero base (PBAT). Esto se atribuye al bajo porcentaje agregado a la matriz polimérica (3 %) durante la extrusión. Lo que significa que el procesamiento para obtener películas activas puede ser el mismo de PBAT y no existirán cambios en sus propiedades funcionales.

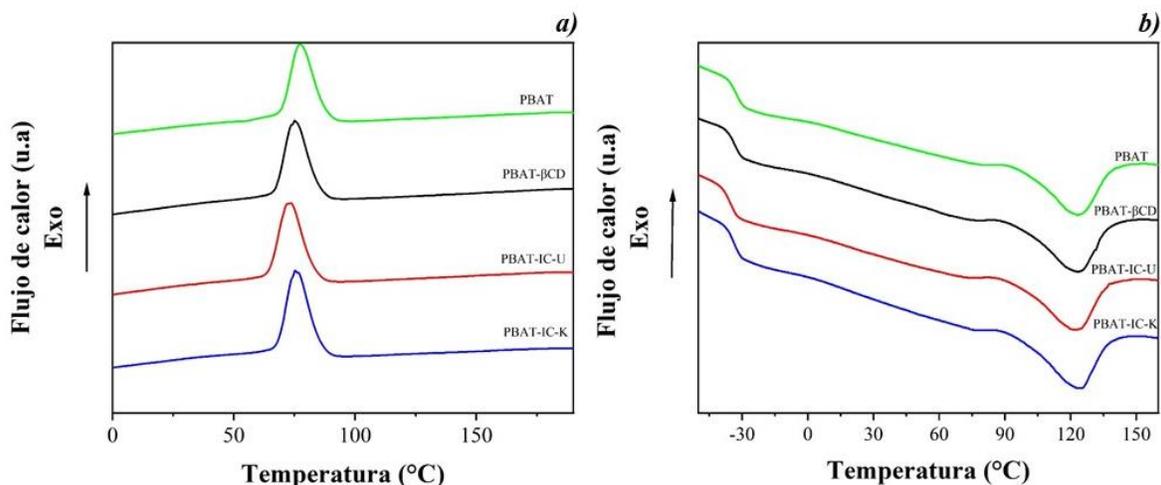


Figura 4.8 Termogramas de a) cristalización (enfriamiento) y de b) fusión (segundo calentamiento) de películas activas.

4.2.2 Análisis de espectroscopia infrarroja (FTIR)

FTIR es un método adecuado para identificar modificaciones químicas en materiales poliméricos. De igual manera es una herramienta útil para detectar la interacción de la matriz polimérica y los complejos de inclusión. La Figura 4.9 muestra los espectros FTIR de PBAT y las películas activas.

El espectro de la película de PBAT mostró los picos característicos de PBAT. Las bandas entre 2950 cm^{-1} y 2857 cm^{-1} se atribuyen al estiramiento asimétrico y simétrico de los enlaces C-H alifáticos y aromáticos. El pico en 1712 cm^{-1} se atribuye a la vibración de estiramiento de los grupos carbonilo éster (C = O), pertenecientes a un grupo carbonilo en el enlace éster en PBAT. Las bandas a 1450 cm^{-1} y 1409 cm^{-1} se atribuyen a la deformación angular de la C – H₂. El pico a 1505 cm^{-1} corresponde al pico de absorción de vibraciones por estiramiento correspondiente al grupo (–C = C–) en el anillo de benceno, mientras que alcanza su punto máximo a 1268 cm^{-1} , 1106 cm^{-1} , 1099 cm^{-1} y 871 cm^{-1} corresponden a los grupos (–C–O–), que pertenecen a los grupos (–C–O–) conectados al anillo de benceno en PBAT. El pico en 725 cm^{-1} representa el pico de absorción de vibraciones por flexión externa del grupo (–C–H) que se atribuye al grupo (–C–H) en el anillo de benceno en PBAT (Kanwal *et al.*, 2022; Rodrigues *et al.*, 2021).

Las películas activas mostraron espectros similares con los picos característicos de PBAT. Esto quiere decir que la adición de la β-CD y los complejos de inclusión no modificó la

estructura del polímero base. Esto se atribuye al bajo porcentaje agregado a la matriz polimérica de β -CD y los complejos de inclusión (3 %).

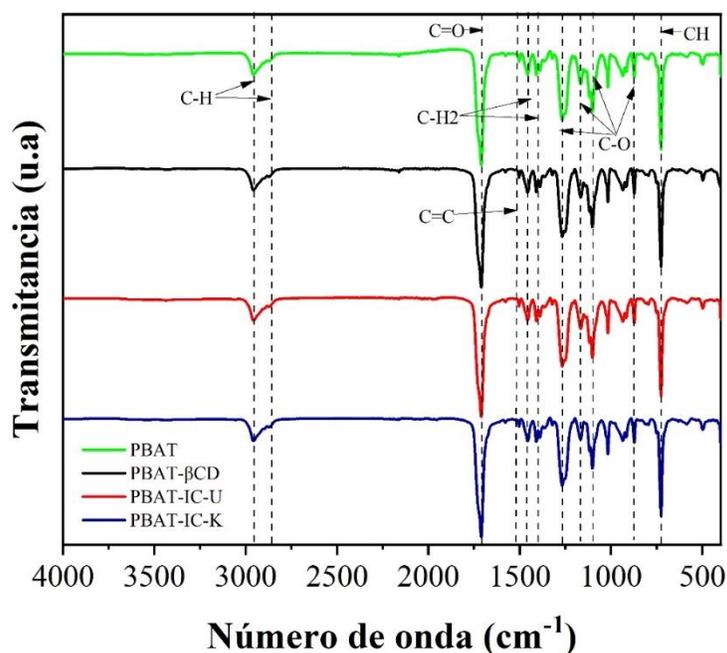


Figura 4.9 Espectros FTIR de películas activas

4.2.3 Análisis de difracción de rayos X (XRD)

Para evaluar la estructura cristalina de las películas activas se realizó un análisis XDR. La Figura 4.10 muestra los difractogramas de muestras de las películas activas. La película de PBAT mostro tres picos de difracción relativamente fuertes en 18.04°, 21.44°, 23.78° y tres picos de difracción débiles en 16.84° y 25.64° que son característicos del PBAT (Tsou *et al.*, 2022). Lo que indica la presencia de una estructura cristalina.

Las películas activas mostraron los mismos picos de difracción en las mismas posiciones, con referencia al PBAT. En otras palabras, las posiciones no difirieron significativamente en relación con las del PBAT puro, lo que indica que la adición de la β -CD y los complejos de inclusión no tuvieron un efecto significativo sobre las propiedades de cristalización del polímero base. Esto se atribuyó al bajo contenido de β -CD y IC incorporado, 3 %, por lo tanto, no cambia significativamente la cristalinidad de la matriz polimérica (PBAT).

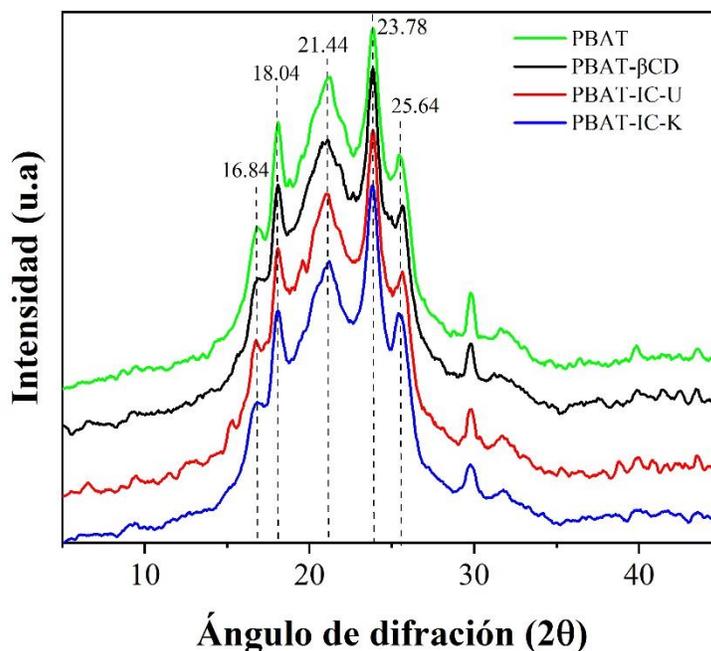


Figura 4.10 Difractogramas de muestras de las películas activas.

4.2.4 Análisis de microscopía electrónica de barrido (SEM)

Con el objetivo de demostrar la presencia y la dispersión de la β -CD y de los complejos de inclusión en la matriz polimérica, se realizó un análisis de microscopía electrónica de barrido SEM. En la Figura 4.11, se muestran las micrografías de las películas activas. Todas las películas mostraron una matriz continua bien formada, con una integridad estructural adecuada y apariencia superficial homogénea.

Después de la preparación criogénica y la fractura de la superficie de las muestras. Las películas de PBAT sin aditivos (Figura 4.11 a, b), mostraron una superficie irregular debido a la fractura. Sin embargo, con un aumento de 5000x se observa una superficie lisa y homogénea (Figura 4.11 b).

Las micrografías SEM mostraron cambios en la morfología de las películas con adición de la β -CD y de los complejos de inclusión en la matriz polimérica de PBAT. Como puede verse en la Figura 4.11 a, c, e, g, todas las películas activas mostraron una superficie uniforme con la presencia de partículas dispersas por toda la matriz (señaladas con flechas blancas), relacionadas con la β -CD y los complejos de inclusión adicionados.

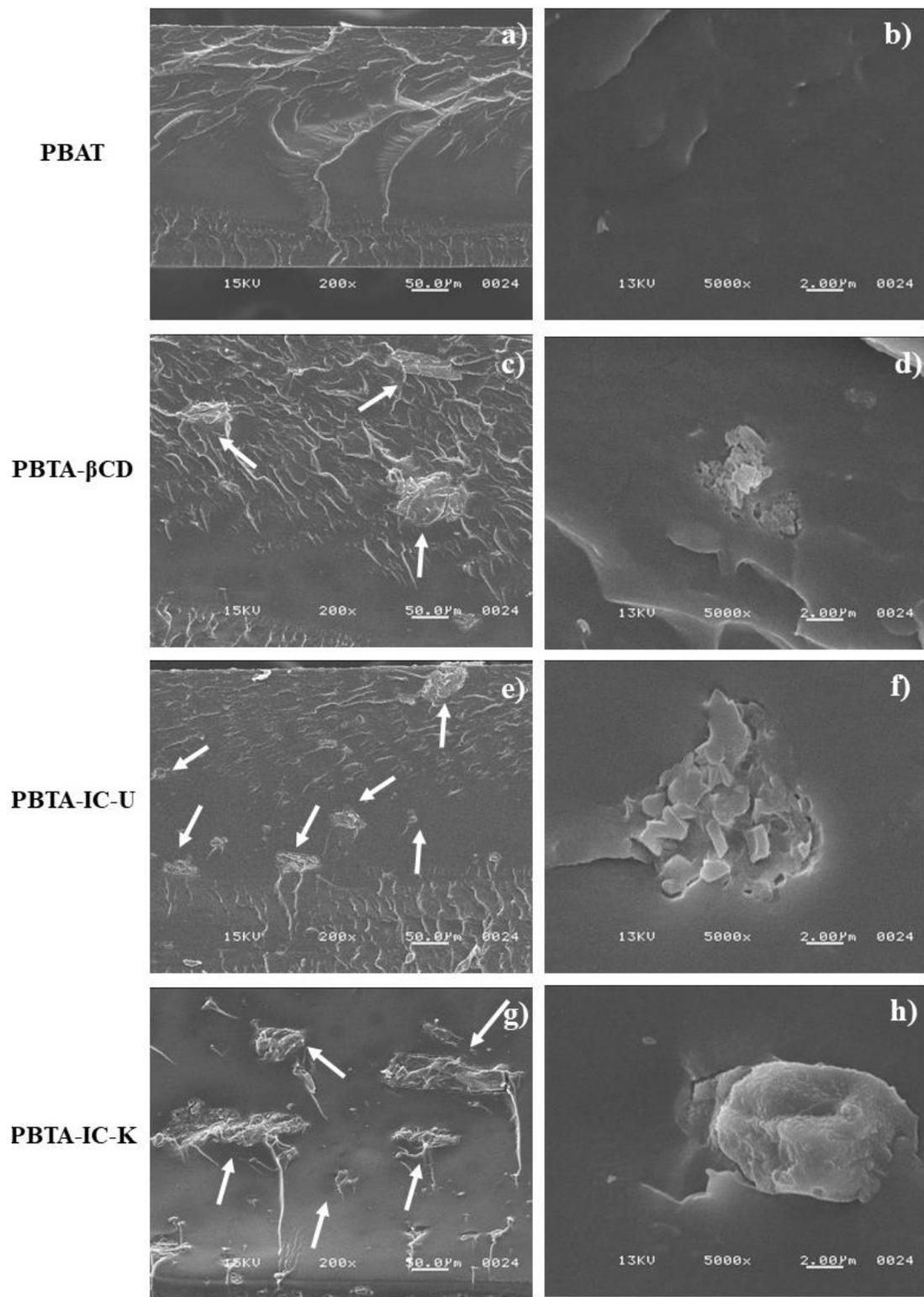


Figura 4.11 Micrografías SEM de a) PBAT 200x, b) PBAT 5000x, c) PBAT- βCD 200x, d) PBAT- βCD 5000x, e) PBAT-IC-U 200x, f) PBAT-IC-UT 5000x, g) PBAT-IC-K 200x y h) PBAT-IC-K 5000x.

Sin embargo, con una ampliación de 5000x se pudo observar que las películas que contenían complejos de inclusión producidos por ultrasonido (Figura 4.11 f) presentaron aglomeración de las partículas, esto pudo ser ocasionado por el tamaño de las partículas de la muestra IC-U, como se observa en el análisis SEM de los complejos de inclusión (Figura 4.11). Aun así, las partículas estaban dispersas por toda la matriz.

Este resultado indica que los la β -CD y los complejos de inclusión estaban bien integrados y dispersos en la matriz polimérica de PBAT. En conclusión, de acuerdo con lo observado en el análisis SEM se puede decir que las partículas de β -CD, IC-U y IC-K se pueden incorporar mediante extrusión para obtener exitosamente películas activas.

4.2.5 Propiedades mecánicas

Los empaques para alimentos deben cumplir con ciertas propiedades mecánicas para poder resistir las manipulaciones y evitar rupturas durante su transporte y almacenamiento. Con el objetivo de determinar el efecto de la adicción de β -CD, IC-U y IC-K en la matriz PBAT, se evaluó el rendimiento mecánico de las películas activas. Además, para evaluar las propiedades funcionales de las películas activas se realizaron ensayos de tracción, como el cálculo del Módulo de Young (YM), el Punto de fractura (%E) y la Tensión (TS) que permiten estudiar los cambios producidos en un material cuando se le aplica una fuerza de tracción o de compresión a nivel externo, midiendo la rigidez del material.

La Tabla 4.3 presenta las propiedades mecánicas de las películas PBAT y las películas activas PBAT- β -CD, PBAT-IC-U y PBAT-IC-K. Se puede observar que los valores de los valores del módulo de Young (YM), el punto de fractura (%E), y la resistencia a la tracción (TS) se mantuvieron sin cambios. Esto puede atribuirse al bajo porcentaje agregado a la matriz polimérica de β -CD y los complejos de inclusión (3 %) y que, por tanto, no modifica en gran medida las propiedades mecánicas de la matriz polimérica PBAT. Lo que indica una buena compatibilidad y una alta unión entre la β -CD, IC-U, IC-K y la matriz polimérica (PBAT) (Flores-Silva *et al.*, 2023). Además, esto también indica que la adición de los IC no modifica las propiedades mecánicas del polímero (PBAT) y por ende los empaques activos tienen las mismas propiedades que el polímero virgen.

Cabe destacar que el PBAT posee excelentes propiedades mecánicas gracias a la unidad aromática presente en su cadena molecular (anillo de benceno) (Jian *et al.*, 2020). Por lo tanto, éste puede reemplazar al polietileno y al PET, que son polímeros utilizados para el envasado de alimentos no biodegradables, pero tienen propiedades similares al PBAT. El alto alargamiento de rotura y las buenas propiedades de procesamiento lo convierten en un material deseable para la industria (Kanwal *et al.*, 2022).

Por lo tanto, el PBAT es un material adecuado para el envasado de alimentos gracias a sus buenas propiedades mecánicas y de procesamiento. De acuerdo con los resultados, la adición de los IC no modifica estas propiedades (Tabla 4.3) y, por ende, los empaques activos pueden ser procesados de la misma manera.

Tabla 4.3 Propiedades mecánicas de las películas activas.

Parámetro	PBAT	PBAT- β -CD	PBAT-IC-U	PBAT-IC-K
Módulo de Young (N/mm ²)	84.85±2.63	86.03±3.54	85.75±2.92	88.95±2.66
Resistencia a la tracción (N/mm ²)	19.98±1.78	19.04±2.71	18.98±0.78	19.72±0.72
Punto de rotura (%)	553.51±27.00	534.32±13.05	489.20±24.62	514.93±25.79

Media \pm desviación estándar de seis determinaciones.

4.2.6 Pruebas de biodegradabilidad

Con la finalidad de evaluar el efecto de la adición de los IC en la biodegradabilidad del polímero base PBAT, se realizaron pruebas en condiciones de compostaje en donde se evaluó su apariencia y el grado de desintegración.

La Figura 4.12 muestra los cambios en la apariencia durante el proceso de compostaje de las muestras de películas activas durante un tiempo de 95 días. Como se puede observar, con el aumento del tiempo de compostaje, todas las muestras se fueron degradando gradualmente. A los 14 días todas las muestras cambiaron de color, al paso de 30 días todas las muestras se volvieron más frágiles, quebradizas, y la muestra de PBAT-IC-K se rompió. A los 45 días todas las muestras se encontraban fracturadas y rotas en partes más pequeñas. Al paso de 65 días se pudo observar un cambio en el color de las muestras, de color blanco a café oscuro, de igual manera solo se pudo recuperar una pequeña cantidad de fragmentos de todas las

muestras. A los 95 días solo quedaban fragmentos residuales de todas las muestras de película.

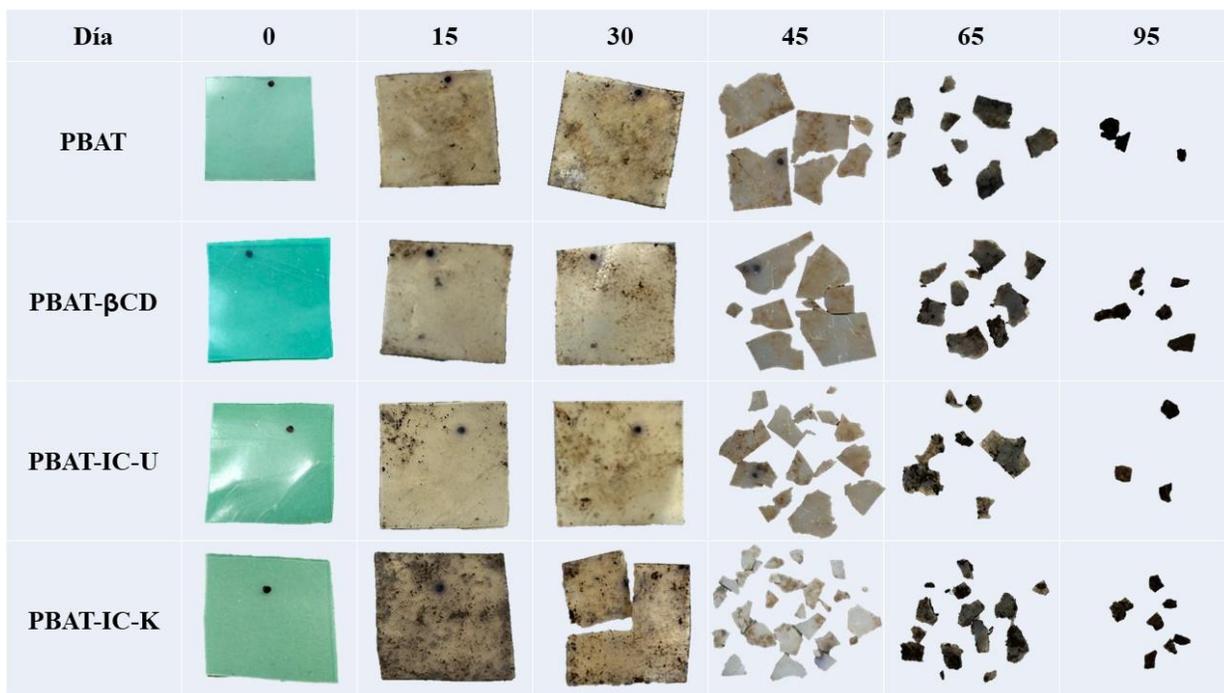


Figura 4.12 Cambio en la apariencia de las diferentes muestras en compostaje durante 95 días

La Figura 4.13 muestra el grado de desintegración de las muestras de las películas activas en un tiempo de 95 días. El grado de desintegración de todas las muestras aumentó significativamente con el tiempo y alcanzó el valor máximo del 90.5% al final de 95 días. Esto indica que al paso de 95 días, para todas las muestras, solo se logró recuperar en el tamizado un porcentaje menor al 10% de su peso seco original demostrando así una desintegración satisfactoria de acuerdo con la norma ISO 20200 (Hernández *et al.*, 2022).

Además, se encontró en la degradación que el % de pérdida de peso de las películas activas era similar en comparación con la muestra de PBAT control. Esto indica que la adición de los complejos de inclusión y la β-CD no afecta la biodegradabilidad del polímero base PBAT en la producción de empaques activos. Esto puede deberse al bajo porcentaje incorporado en las películas activas y a la naturaleza biodegradable de los complejos de inclusión y de la βCD.

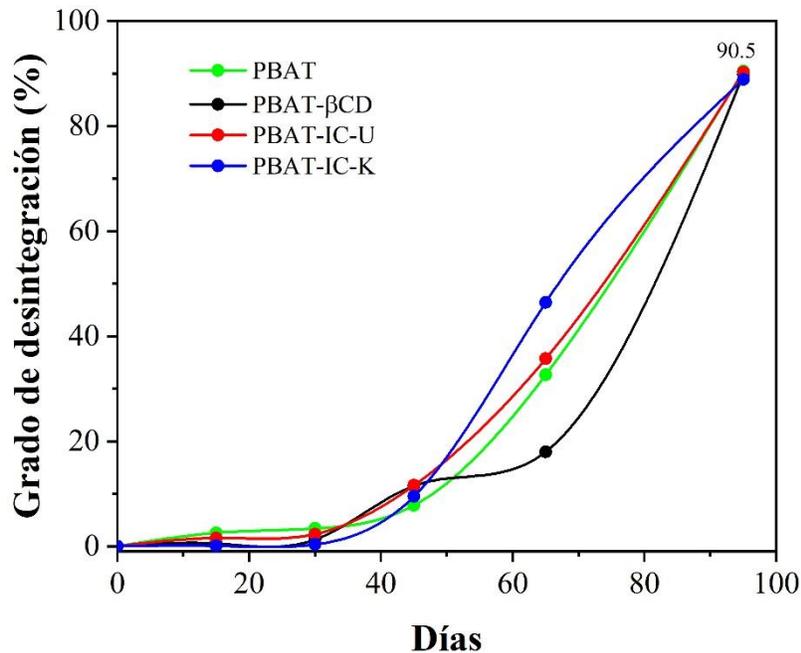


Figura 4.13 Grado de desintegración de las muestras PBAT, PBAT-βCD, PBAT-IC-U y PBAT-IC-U durante 95 días

4.3 Análisis de resultados de las pruebas de almacenamiento de arándanos azules en el empaque activo

En análisis de la vida de anaquel permite determinar el tiempo de vida útil de un alimento perecedero en condiciones de almacenamiento. Para evaluar el efecto de los empaques activos en la conservación de un alimento perecedero se realizó un análisis de la vida de anaquel de arándanos azules.

4.3.1 Análisis del peso

El peso de un fruto se relaciona con su firmeza, que es el parámetro que mejor se correlaciona con el estado de maduración de una fruta, ya que la dureza está directamente relacionada con la madurez de la muestra. Debido a eso, se realizó un seguimiento del peso de arándanos azules almacenados en los empaques desarrollados (Figura 4.14) bajo condiciones de refrigeración (1°C) y temperatura ambiente (25 °C) por 28 días

En la figura 4.14 se muestra el % de pérdida de peso de los arándanos azules almacenados en los empaques desarrollados.

En las muestras de arándanos azules en refrigeración (Figura 4.14, a), se puede observar que a los 14 días todos los empaques mantuvieron los arándanos con un % de pérdida de peso

menor a 6 %, lo que indica que a los 14 días de almacenamiento las muestras aún seguían conservando una firmeza aceptable. De acuerdo con Friné et al. 2019 los arándanos azules son propensos a la pérdida de peso por deshidratación o pérdida de humedad, debido a la falta de cera epicuticular y una pérdida de peso máxima de humedad del 6 % se considera comercialmente aceptable.

A los 21 días el % de pérdida de peso seguía siendo menor a 6 % para los arándanos azules almacenados en todos los empaques. Cabe destacar que de acuerdo con lo reportado por Defilippi et al. (2020), los arándanos azules tienen un tiempo de vida de anaquel de 14 días después de su puesta en venta en el mercado en un empaque convencional bajo condiciones específicas: temperatura (0-1 °C) y humedad (90 %). El resultado obtenido a 21 días demuestra que todos los empaques lograron mantener una firmeza comercialmente aceptable y por ende alargar la vida útil de los arándanos azules por 7 días más.

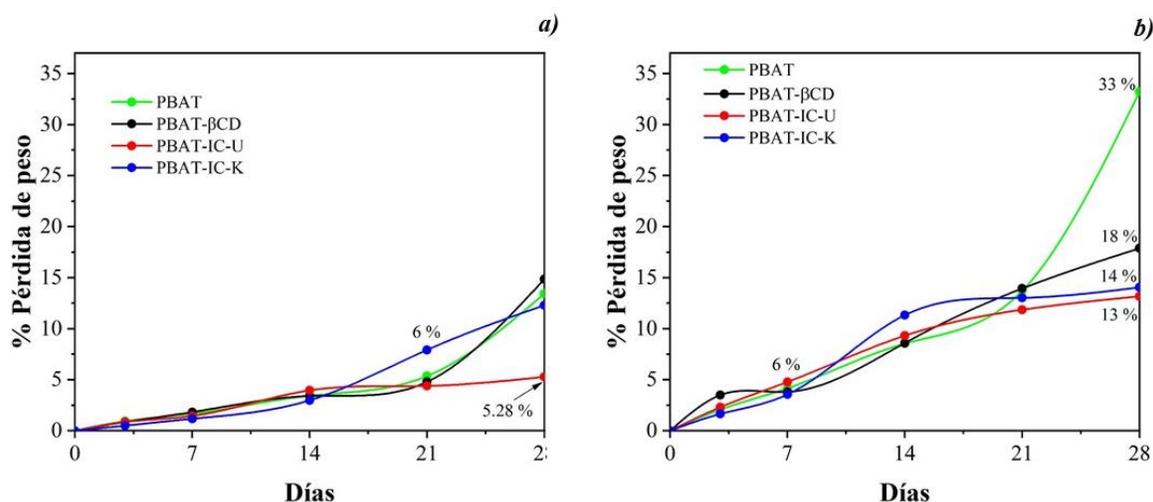


Figura 4.14 % de pérdida de peso de muestras de arándanos azules almacenadas en a) refrigeración (1 °C) b) temperatura ambiente (25 °C)

A los 28 días de almacenamiento se pudo observar un % de pérdida de peso en los arándanos azules almacenados en los empaques de 13.42% para PBAT, 14.85% para PBAT- βCD, 5.28 % en el empaque activo PBAT-IC-U y 12.29% en el empaque activo PBAT-IC-K, esto es evidencia de que el empaque activo PBAT-IC-U logro mantener una firmeza aceptable de las muestras durante 14 días más de acuerdo con lo reportado por otros autores y por lo

tanto alargando la vida de anaquel de los arándanos azules en comparación con los otros empaques activos.

En cambio, en las muestras de arándanos azules almacenadas en temperatura ambiente (Figura 4.14, b), se puede apreciar un % de pérdida de peso menor a 6 % a los 7 días de almacenamiento en todos los empaques, lo que demuestra que todos tuvieron la capacidad de mantener una firmeza aceptable comercialmente, durante 7 días aun en las condiciones de temperatura y humedad no adecuadas.

A los 28 días de almacenamiento de las muestras en temperatura ambiente se puede observar que los empaques activos que contenían complejos de inclusión por ambos métodos, presentaron un % de pérdida de peso menor en comparación con los otros empaques siendo para PBAT (Control) de 33 %, PBAT- β CD de 18 %, PBAT-IC-K de 14 % y PBAT-IC-U de 13 %, demostrando así el claro efecto de los empaques activos en la conservación de la firmeza de las muestras de arándanos azules y por ende en el alargamiento de su vida de anaquel.

4.3.2 Análisis del sabor

El sabor es un componente importante de la calidad de la fruta fresca y es una buena indicación del estado de madurez de la fruta y, por tanto, de su posible vida útil. Los azúcares junto con la acidez constituyen el componente principal del sabor de la mayoría de las frutas.

Los °Brix sirven para determinar el porcentaje de azúcar o sacarosa disuelta en una muestra líquida, y por lo tanto para conocer los niveles de azúcares presentes en productos frutícolas, que son indicativos de su nivel de maduración. La sacarosa (disacárido de fructosa y glucosa) es el azúcar que más incide en las propiedades organolépticas de los productos frutihortícolas. Cuando un fruto es cosechado, el contenido de azúcar aumenta ligeramente y sufre ligeras oscilaciones para luego ir disminuyendo con su proceso de descomposición (Valero & Ruiz, 1998). Por otro lado, los ácidos presentes en la fruta disminuyen, con su proceso de maduración.

La Figura 4.15 muestra las gráficas del contenido de sólidos solubles de los de arándanos azules almacenadas en los empaques activos en refrigeración y a temperatura ambiente durante 28 días.

Para las muestras de arándanos azules almacenadas en refrigeración (Figura 4.15, a), se aprecia que, a los 28 días de almacenamiento, la muestra contenida en el empaque activo PBAT-IC-U presento un contenido de sólidos solubles de 11 °Brix. De acuerdo con Zapata et al. (2013) los frutos de arándano con 11 °Brix reúnen las cualidades organolépticas deseadas. Por lo tanto, esto demuestra que el empaque activo PBAT-IC-U tiene la capacidad de mantener un estado de maduración deseado durante 14 días más en comparación con los empaques convencionales.

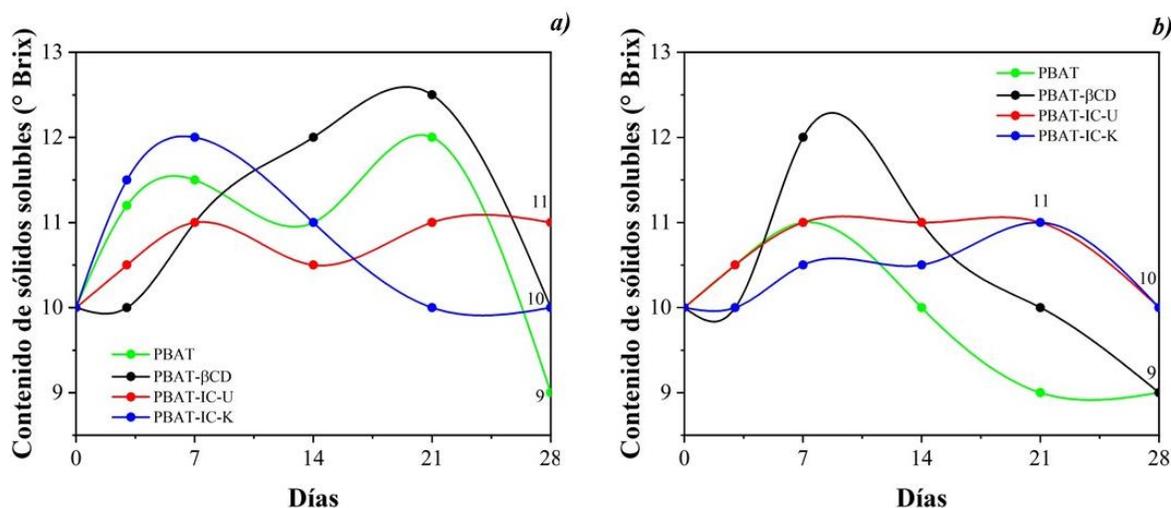


Figura 4.15 Contenido de sólidos solubles de las muestras de arándanos azules almacenadas en los empaques activos en a) refrigeración y b) temperatura ambiente

Para los arándanos azules almacenados en los empaques activos PBAT-βCD y PBAT-IC-K, a los 28 días se pudo observar una disminución en el contenido de sólidos solubles (10 °Brix), lo que indica que esta muestra ya no se encontraba con las cualidades organolépticas deseadas. Sin embargo, se puede apreciar una disminución aun mayor para la muestra almacenada en el empaque PBAT de 9 °Brix, lo que indica que esta muestra ya se encontraba en el proceso de descomposición. Demostrando así el claro efecto de los empaques activos en el alargamiento de la vida de anaquel de arándanos azules.

Las muestras de arándanos azules almacenadas a temperatura ambiente (Figura 4.15, b), mostraron que, las arándanos azules almacenados en los empaques activos que contenían complejos de inclusión producidos por ambos métodos aun conservaban un contenido de sólidos solubles de 11 °Brix a los 21 días, de mostrando así, que los empaques PBAT-IC-U

y PBAT-IC-K tienen la capacidad de mantener las propiedades organolépticas deseadas durante 21 días aun en las condiciones no adecuadas de temperatura y humedad.

A los 28 días se pudo observar, que las muestras almacenadas en los empaques PBAT (control) y PBAT- β CD mostraron un contenido de sólidos solubles de 9 °Brix, lo que indica que los arándanos azules almacenados en estos empaques ya se encontraban en un proceso de descomposición. Mientras que para los empaques activos PBAT-IC-U y PBAT-IC-K se observó un contenido de sólidos solubles de 10 °Brix. Este contenido de sólidos solubles es menor en comparación con los otros empaques, lo que demuestra el claro efecto de los empaques activos en la conservación de los arándanos azules, aun en las condiciones de temperatura y humedad no adecuadas.

Este mismo efecto se puede observar en el grado de acidez a los 28 días para los arándanos azules almacenados en refrigeración, en donde el grado de acidez disminuyó menos para los empaques activos que contenían complejos de inclusión PBAT-IC-U (2.32 pH) y PBAT-IC-K (2.31 pH), en comparación con los empaques PBAT (2.44 pH) y PBAT- β CD (2.53 pH). Para las muestras almacenadas a temperatura ambiente se observó este mismo efecto, los empaques activos que contenían complejos de inclusión PBAT-IC-U (2.42 pH) y PBAT-IC-K (2.47 pH) mostraron un nivel de acidez menor, en comparación con los empaques PBAT (2.69 pH) y PBAT- β CD (2.63 pH). Lo que demuestra que los empaques activos tienen la capacidad de conservar por más tiempo el nivel de acidez y de glucosa de los arándanos azules, por tanto, aumentando su vida útil.

4.3.3 Análisis del color

El color de un fruto es un parámetro organoléptico importante debido a que, el color interno y externo cambia a medida que los productos maduran. El color es uno de los métodos más antiguos para determinar la madurez de la fruta. El desarrollo del color purpura azulado de los arándanos azules, se debe principalmente a las antocianinas, y durante la maduración después de la cosecha, se producen distintos cambios en los pigmentos que alteran el color (Friné *et al.*, 2019).

La Tabla 4.4 muestra el color de los arándanos azules almacenados en refrigeración. Como se puede observar los cambios en el color a los 28 días de almacenamiento fueron significativos. Todas las muestras almacenadas en todos los empaques mostraron una

tendencia similar, como una disminución en la luminosidad (L^*), y una modificación en sus coordenadas cromáticas (a^* y b^*), con tendencia al color rojo (a^*) y una disminución en el color azul (b^*). Sin embargo, la disminución en la luminosidad (L^*) para los arándanos azules almacenados en los empaques activos PBAT-IC-U y PBAT-IC-K fue menor, en comparación con los empaques PBAT y PBAT- β CD. Este mismo efecto se puede observar en el color de los arándanos azules almacenados a temperatura ambiente (Tabla 4.5).

Tabla 4.4 Color de muestras de arándanos azules almacenadas en los empaques desarrollados en refrigeración

Muestra	Parámetro	Día 0	Día 28
PBAT	L^*	38.48	32.7
	A^*	14.84	33.40
	B^*	5.92	5.32
PBAT- β CD	L^*	38.48	32.29
	A^*	14.84	6.03
	B^*	5.92	0.49
PBAT-IC-U	L^*	38.48	33.25
	A^*	14.84	18.60
	B^*	5.92	6.47
PBAT-IC-K	L^*	38.48	33.73
	A^*	14.84	14.57
	B^*	5.92	3.97

De acuerdo con Friné et al. (2019), una disminución del valor L^* durante el almacenamiento podría atribuirse a la oxidación de compuestos fenólicos y otros fenómenos fisicoquímicos, como la formación de aductos o complejos entre antocianinas y quinonas, generados a lo largo de la oxidación de polifenoles y la pérdida de peso que se produce durante el almacenamiento.

Por lo tanto, esto indica que los empaques activos que contienen complejos de inclusión (PBAT-IC-U y PBAT-IC-K) tienen la capacidad de conservar la calidad organoléptica deseada de los arándanos azules, durante 28 días tanto en refrigeración como a temperatura ambiente y, por tanto, prolongar su vida útil.

Tabla 4.5 Color de muestras de arándanos azules almacenadas en los empaques desarrollados a temperatura ambiente

Muestra	Parámetro	Día 0	Día 28
PBAT	L*	38.48	30.30
	A*	14.84	6.40
	B*	5.92	1.85
PBAT-βCD	L*	38.48	29.95
	A*	14.84	6.26
	B*	5.92	2.31
PBAT-IC-U	L*	38.48	32.24
	A*	14.84	6.72
	B*	5.92	0.61
PBAT-IC-K	L*	38.48	29.81
	A*	14.84	5.39
	B*	5.92	2.20

4.3.4 Análisis del diámetro

El diámetro de una fruta se relaciona con su tamaño, y la reducción de éste es indicativo de la pérdida de firmeza en un fruto.

La Figura 4.16 muestra las gráficas del % de pérdida de diámetro de las muestras de arándanos azules almacenadas a temperatura ambiente y en refrigeración durante 28 días.

A los 28 días, las muestras almacenadas en refrigeración (Figura 4.16, a), mostraron un porcentaje de pérdida de diámetro de 14.23 % para PBAT (control), 11.93 % para PBAT-βCD, 10.82 % para PBAT-IC-K, y 8.65 % para las muestras contenidas en el empaque PBAT-IC-U. Esto demuestra que los empaques activos que contenían complejos de inclusión producidos por ambos métodos pueden mantener en mejores condiciones el diámetro del fruto y por lo tanto su firmeza durante 14 días más que en un empaque convencional. Sin embargo, el empaque activo PBAT-IC-U tuvo un mejor efecto en la conservación del diámetro de las muestras. Por lo tanto, este empaque tiene la capacidad de mantener en mejores condiciones las propiedades organolépticas deseadas, y por ende extender la vida útil de los arándanos azules.

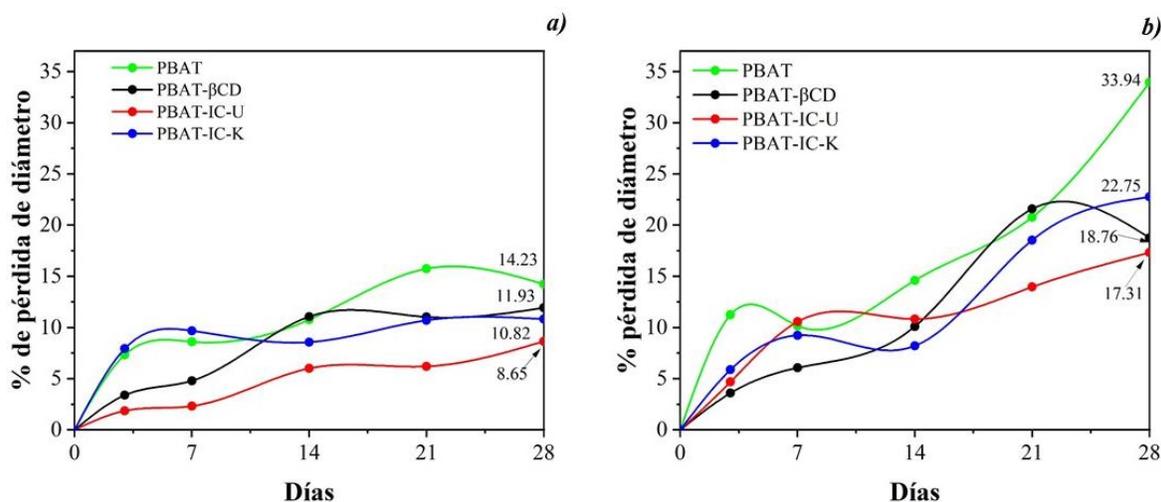


Figura 4.16 % de pérdida de diámetro de muestras de arándanos azules almacenadas en a) refrigeración (1 °C) b) temperatura ambiente (25 °C)

Para las muestras almacenadas a temperatura ambiente (Figura 4.16, b) se tuvo este mismo efecto, en donde se observó que las muestras almacenadas en el empaque PBAT-IC-U tuvieron un menor porcentaje de pérdida de diámetro (17.31 %) en comparación con los otros empaques: PBAT (control) (% 33.94), PBAT-βCD (% 18.76) y PBAT-IC-K (% 22.75). Lo cual confirma que el empaque activo PBAT-IC-U puede mantener las propiedades organolépticas deseadas por más tiempo en comparación con los otros empaques, y así mismo alargar la vida útil de los arándanos azules.

4.3.5 Análisis del aspecto visual

El aspecto es uno de los parámetros más importantes de la calidad visual de un fruto, y este a su vez, se puede relacionar con el estado de maduración de los frutos. Por lo tanto, este análisis permite tener un control de la descomposición de la muestra durante su almacenamiento.

La Figura 4.17 presenta el aspecto visual de las muestras de arándanos azules almacenadas en los empaques activos en refrigeración durante 28 días.

Se observó que a los 3, 7 y 14 días, las muestras almacenadas en todos los empaques activos aun conservaban una calidad de aspecto visual buena. Sin embargo, se observó que la muestra almacenada en el empaque PBAT (control) a los 21 días presentó síntomas de deshidratación visual leve, mientras que a los 28 días se observó deshidratación visual

moderada y pudrición gris y de piel suelta. La muestra almacenada en el empaque PBAT- β CD a los 21 días presentó deshidratación leve, y a los 28 días deshidratación moderada y pudrición rosada. Las muestras almacenadas en los empaques activos PBAT-IC-U y PBAT-IC-K, presentaron un efecto contrario, ya que estas a los 21 y 28 días presentaron una calidad de aspecto visual buena, sin presencia de pudriciones.

Esto prueba que los empaques activos que contienen complejos de inclusión producidos por ambos métodos, tienen la capacidad de mantener las propiedades organolépticas deseadas, y la capacidad de detener el crecimiento de hongo o microorganismos 14 días más en comparación con su empaque convencional y, por tanto, alargando la vida útil de los arándanos azules.

La Figura 4.18 presenta el aspecto visual de las muestras de arándanos azules almacenadas en los empaques activos a temperatura ambiente durante 28 días. Se observó, que las muestras almacenadas en todos los empaques activos conservaron una calidad de aspecto visual buena hasta el día 7. Sin embargo, la muestra almacenada en el empaque PBAT (control) a los 14 y 21 días presentó deshidratación visual moderada, mientras que a los 28 días se observó deshidratación visual severa y pudrición gris y rosa. La muestra almacenada en el empaque PBAT- β CD, a los 14 días presentó pudrición rosada y a los 21 y 28 días deshidratación severa pudrición rosa y gris. El efecto contrario se observó en las muestras almacenadas en los empaques activos PBAT-IC-U y PBAT-IC-K, ya que estas a los 14, 21 y 28 días presentaron una calidad de aspecto visual buena, sin presencia de pudriciones.

Esto es evidencia de que los empaques activos que contienen complejos de inclusión producidos por ambos métodos, tienen la capacidad de mantener las propiedades organolépticas deseadas durante 28 días aun en las condiciones de humedad y temperatura no adecuadas, en comparación con su empaque convencional y, por tanto, alargando la vida útil de los arándanos azules.

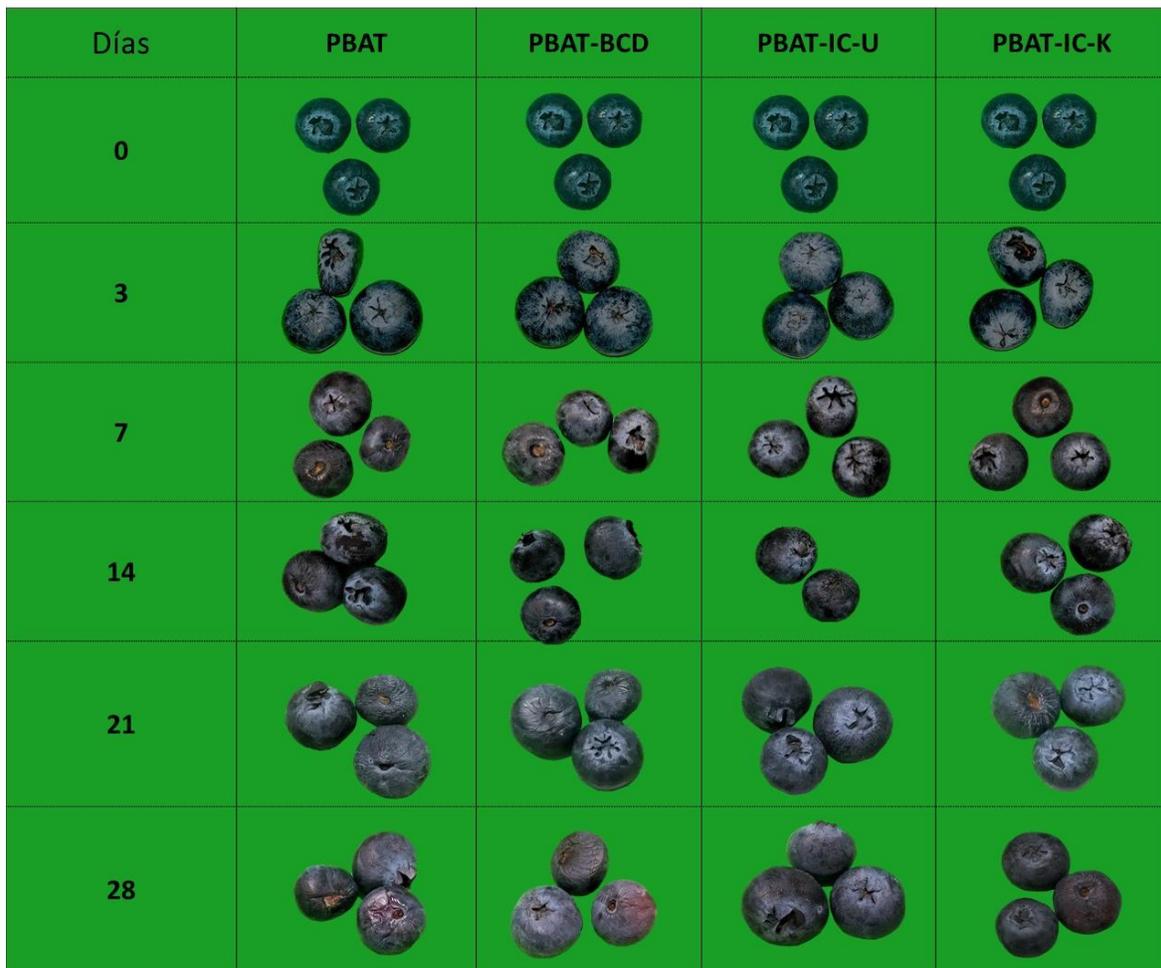


Figura 4.17 Aspecto visual de muestras almacenadas en refrigeración (1 °C)

La Figura 4.19 presenta el aspecto visual de muestras de arándanos azules almacenadas en su empaque convencional en refrigeración (6 °C). Se puede observar que los arándanos azules almacenados en su empaque convencional en el día 14 presentaron deshidratación visual severa, en el día 21 se observó pudrición gris y a los 28 días ya se encontraban en completa descomposición.

Estos resultados en comparación con los resultados obtenidos en los empaques activos PBAT-IC-U y PBAT-IC-K, demuestran el efecto de las propiedades antimicrobianas de los empaques activos, en el alargamiento de la vida de anaquel de los arándanos azules.

Días	PBAT	PBAT-BCD	PBAT-IC-U	PBAT-IC-K
0				
3				
7				
14				
21				
28				

Figura 4.18 Aspecto visual de muestras almacenadas en temperatura ambiente (25 °C)

Días	0	7	14	21	28
Empaque convencional					

Figura 4.19 Aspecto visual de muestras almacenadas en su empaque convencional (6 °C)

4.4 Mecanismo propuesto

Se propone el siguiente mecanismo de acción de los empaques activos producidos por ambos métodos (PBAT-IC-U y PBAT-IC-K) en la conservación de arándanos azules (Figura 4.21), de acuerdo con los resultados obtenidos en este trabajo de investigación.

La presencia del EOCl en la β -CD se confirmó mediante el análisis FTIR, y por ende la formación de los complejos de inclusión producidos por ambos métodos ultrasonido y amasado. De acuerdo con lo demostrado en el análisis XDR, los IC-U mostraron una estructura tipo canal que confirma la correcta formación del complejo de inclusión (Figura 4.20). Mientras que los IC-K mostraron una estructura tipo jaula, que podría indicar una encapsulación deficiente del EOCl en la β -CD (Figura 4.20).

Además, el análisis SEM demostró en la morfología de los IC-U partículas heterogéneas, sin presencia de grietas en su superficie lo que indica una buena protección del EOCl. En cambio, en los IC-K se observaron partículas que parece que se están aglomerando, con grietas o fracturas en su superficie lo que indica una deficiente encapsulación y protección del EOCl. Estos resultados podrían sugerir que en los IC-K, el EOCl se encuentra disperso en las paredes de la β -CD, mientras que en los IC-U, el EOCl se encuentra dentro de la cavidad de la β -CD con una estequiometría 1:2 (Figura 4.20). Esto también se puede confirmar con el análisis FTIR (Figura 4.1), en donde se observa que el pico característico del EOCl es más intenso en IC-K que en IC-U, sugiriendo que el EOCl se encuentra fuera de la β -CD en IC-K.

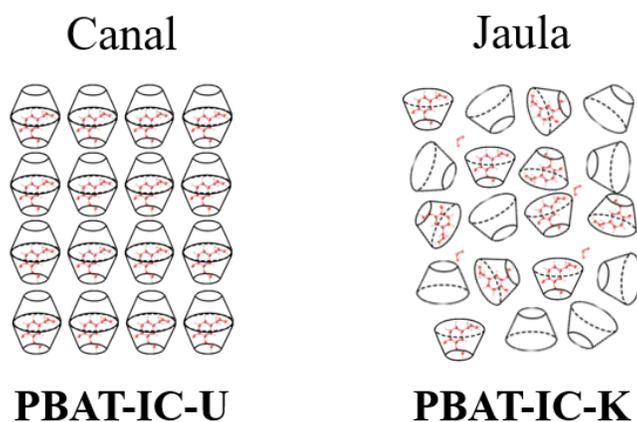


Figura 4.20 Organización molecular de los complejos de inclusión producidos por ambos métodos

En la Figura 4.21 se muestra el mecanismo de liberación del EOCl de los complejos de inclusión producidos por ambos métodos en los empaques activos, para la conservación de los arándanos azules durante 28 días.

En el día 0, los complejos de inclusión (IC-U y IC-K) se encuentran dispersos en el empaque activo como se demostró en el análisis TGA y aun no existe una liberación del EOCl. En el día 7 se observa la liberación del EOCl del IC. Sin embargo, en el empaque activo PBAT-IC-U existe una liberación más lenta en comparación con el empaque PBAT-IC-K. Esto puede deberse al tipo de organización molecular de los IC-K y a la deficiente encapsulación del método de amasado lo que ocasiona que la liberación sea más rápida en el empaque activo PBAT-IC-K.

En los días 14 y 21, se puede observar este mismo efecto en donde la liberación del EOCl en el empaque activo PBAT-IC-U es más lenta y continua con el tiempo en comparación con el empaque activo PBAT-IC-K. Lo que ocasiona que el empaque activo PBAT-IC-U permita la conservación de los arándanos azules durante más tiempo debido a la capacidad antimicrobiana y antifúngica del EOCl.

A los 28 días, en el empaque activo PBAT-IC-K se observa la liberación de la mayor parte de las moléculas de EOCl, lo que ocasiona que no haya una buena protección antimicrobiana y antifúngica de los arándanos azules. En cambio, en el empaque activo PBAT-IC-U, la buena encapsulación del EOCl en la β -CD al formar los IC por el método de ultrasonido y su organización molecular, permitió una liberación más prolongada y eficiente del EOCl, lo cual da como resultado la conservación de los arándanos azules durante más tiempo en comparación con el empaque activo PBAT-IC-K, como se demostró en el análisis de la vida de anaquel de los arándanos azules.

Esto demuestra que los empaques activos PBAT-IC-U y PBAT-IC-K tienen la capacidad de alargar la vida de anaquel de los arándanos azules durante más tiempo que un empaque convencional. Sin embargo, de acuerdo con los resultados obtenidos el empaque PBAT-IC-U tiene la capacidad de alargar la vida de anaquel de los arándanos azules durante más tiempo que el empaque PBAT-IC-K, debido a su organización molecular y a la encapsulación de cada método.

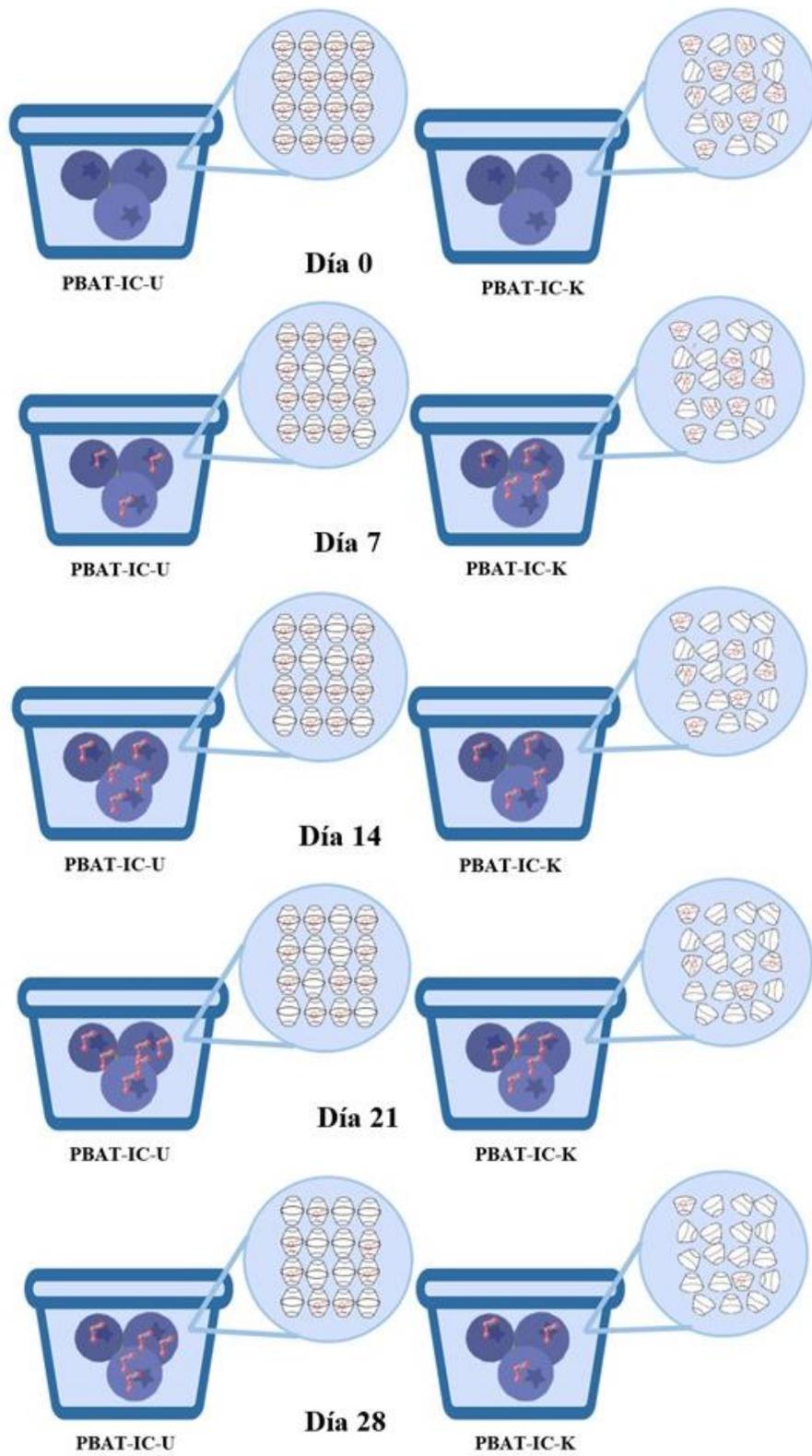


Figura 4.21 Mecanismo de acción de los empaques activos en la conservación de los arándanos azules

Conclusiones

El análisis FTIR demostró la presencia del EOCl en la β -CD y, por tanto, la formación exitosa de los complejos de inclusión. El análisis SEM y XDR demostró un cambio en la morfología y organización molecular de las muestras y así mismo, la formación de los complejos de inclusión. El análisis TGA demostró la formación exitosa de los complejos de inclusión. Los análisis demostraron la formación exitosa de los complejos de inclusión por ambos métodos. Sin embargo, los análisis XDR, TGA y SEM demostraron que el método de ultrasonido es más efectivo para realizar complejos de inclusión de EOCl y β -CD.

Los análisis TGA y SEM demostraron la presencia de los complejos de inclusión en la matriz polimérica y una buena dispersión. Todos los empaques activos demostraron un proceso de desintegración satisfactoria en un tiempo de 95 días, demostrando así su capacidad de biodegradarse en condiciones de compostaje.

Los empaques activos con complejos de inclusión demostraron ser efectivos para la conservación de arándanos azules, en cuanto a la conservación de sus atributos organolépticos como: firmeza, sabor, diámetro y aspecto visual. Los empaques activos PBAT-IC-U y PBAT-IC-K, demostraron su capacidad antimicrobiana y antifúngica en la conservación de arándanos azules. Sin embargo, el empaque activo PBAT-IC-U tuvo un mejor efecto en cuanto a la conservación de los atributos organolépticos, antimicrobianos y antifúngicos en el alargamiento de la vida de anaquel de los arándanos azules.

Todos estos resultados demuestran que el método de ultrasonido es más efectivo en comparación con el método de amasado para formar complejos de inclusión (IC) de β -ciclodextrinas (β -CD) y aceite esencial de clavo (EOCl). A sí mismo, demostraron su eficiencia en la conservación y alargamiento de la vida útil de los arándanos azules, comprobándose así la hipótesis planteada en este trabajo de investigación.

Trabajo a futuro

De acuerdo con los resultados obtenidos en el presente trabajo, se sugiere realizar las siguientes actividades para ampliar el conocimiento de este trabajo para futuras investigaciones, así como para su aplicación a mayor escala:

- Realizar análisis para determinar la humedad presente en los complejos de inclusión.
- Realizar un proceso de lixiviación de los complejos de inclusión para separar el aceite esencial del clavo de la β -CD, y por ende comprobar la formación del complejo de inclusión.
- Realizar las películas activas por película plana, y posteriormente realizar el empaque activo por termoformado, debido a que por falta de equipo no se pudo realizar el empaque activo con estas técnicas.
- Evaluar las propiedades de barrera del empaque activo, para el conocimiento de la capacidad del empaque activo de proteger a los alimentos de la rehidratación y oxidación.
- Evaluar las propiedades antimicrobianas del empaque activo con una técnica adecuada, ya que por falta de tiempo no se logró hacerlo.
- Elaborar un empaque activo tipo clamshell, que es el adecuado para el almacenamiento de los arándanos azules. Para así evitar que el producto sufra daños por el tamaño del empaque.
- Realizar pruebas de anaquel con otros tipos de alimentos perecederos frutihortícolas o productos cárnicos.
- Realizar las pruebas de anaquel con fruta cortada, para favorecer las condiciones de humedad en el empaque activo y por lo tanto a la disociación del complejo de inclusión.

Referencias Bibliográficas

- Abarca, R. L., Rodríguez, F. J., Guarda, A., Galotto, M. J., & Bruna, J. E. (2016). Characterization of beta-cyclodextrin inclusion complexes containing an essential oil component. *Food Chemistry*, *196*, 968–975. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2015.10.023>
- Abril, E. R. (1975). Comportamiento Mecánico De Los Materiales Agrietados. *Revista de Metalurgia (Madrid)*, *11*(6), 295–302.
- Aguilar-González, A. E., & López-Malo, A. (2013). Extractos y aceite esencial del clavo de olor (*Syzygium aromaticum*) y su potencial aplicación como agentes antimicrobianos en alimentos. *Temas Selectos de Ingeniería de Alimentos*, *7*(2), 35–41. <http://web.udlap.mx/tsia/files/2014/12/TSIA-72-Aguilar-Gonzalez-et-al-2013.pdf>
- Anaya-Castro, M. A., Ayala-Zavala, J. F., Muñoz-Castellanos, L., Hernández-Ochoa, L., Peydecastaing, J., & Durrieu, V. (2017). β -Cyclodextrin inclusion complexes containing clove (*Eugenia caryophyllata*) and Mexican oregano (*Lippia berlandieri*) essential oils: Preparation, physicochemical and antimicrobial characterization. *Food Packaging and Shelf Life*, *14*(October 2016), 96–101. <https://doi.org/10.1016/j.fpsl.2017.09.002>
- Arman Alim, A. A., Mohammad Shirajuddin, S. S., & Anuar, F. H. (2022). A Review of Nonbiodegradable and Biodegradable Composites for Food Packaging Application. *Journal of Chemistry*, 2022. <https://doi.org/10.1155/2022/7670819>
- Arruda, L. C., Magaton, M., Bretas, R. E. S., & Ueki, M. M. (2015). Influence of chain extender on mechanical, thermal and morphological properties of blown films of PLA/PBAT blends. *Polymer Testing*, *43*, 27–37. <https://doi.org/10.1016/j.polymeresting.2015.02.005>
- Astray, G., Gonzalez-Barreiro, C., Mejuto, J. C., Rial-Otero, R., & Simal-Gándara, J. (2009). A review on the use of cyclodextrins in foods. *Food Hydrocolloids*, *23*(7), 1631–1640. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2009.01.001>
- Bhargava, N., Mor, R. S., Kumar, K., & Sharanagat, V. S. (2021). Advances in application

- of ultrasound in food processing: A review. *Ultrasonics Sonochemistry*, 70(July 2020), 105293. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2020.105293>
- Brezmes-Llecha, J. (2010). Técnicas de control de calidad en fruta. *Control de Calidad*, 13–34. <https://www.tdx.cat/bitstream/handle/10803/6877/CAPITOL2.pdf>
- Cid-Samamed, A., Rakmai, J., Mejuto, J. C., Simal-Gandara, J., & Astray, G. (2022). Cyclodextrins inclusion complex: Preparation methods, analytical techniques and food industry applications. *Food Chemistry*, 384(August 2021), 132467. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2022.132467>
- Cui, H., Siva, S., & Lin, L. (2019). Ultrasound processed cuminaldehyde/2-hydroxypropyl- β -cyclodextrin inclusion complex: Preparation, characterization and antibacterial activity. *Ultrasonics Sonochemistry*, 56(April), 84–93. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2019.04.001>
- Defilippi, B., Robledo, P., & Becerra, C. (2020). Maneja de cosecha y poscosecha en arándano. *Manual Del Arándano*, 9.
- Defilippi Bruzzone, B., Rivera Smith, S., & Arriola Santibañez, R. (2018). Aspectos claves durante postcosecha para la obtención de un arándano de calidad. *Info Berries*.
- Del Valle, E. M. M. (2004). Cyclodextrins and their uses: A review. *Process Biochemistry*, 39(9), 1033–1046. [https://doi.org/10.1016/S0032-9592\(03\)00258-9](https://doi.org/10.1016/S0032-9592(03)00258-9)
- Devine, J. (1993). Applications of ultrasound. *Technical Textiles International*, April, 295–326.
- Domene, M., & Segura, M. (2014). Parámetros de Calidad Interna De Hortalizas Y Frutas En La. *Cajamar ADN Agro*, 1–18. <https://www.cajamar.es/storage/documents/005-calidad-interna-1410512030-cc718.pdf>
<https://www.cajamar.es/pdf/bd/agroalimentario/innovacion/investigacion/documentos-y-programas/005-calidad-interna-1410512030.pdf>
- FAO. (2023). El estado de alimentaria y la seguridad la nutricion en el mundo. Urbanización, transformación de los sistemas agroalimentarios y dietas saludables a lo largo del continuo rural-urbano. Roma, FAO. <https://doi.org/10.4060/cc3017es>

- Ferreira, F. V., Cividanes, L. S., Gouveia, R. F., & Lona, L. M. F. (2019). An overview on properties and applications of poly(butylene adipate-co-terephthalate)–PBAT based composites. *Polymer Engineering and Science*, 59(s2), E7–E15. <https://doi.org/10.1002/pen.24770>
- Flores-Silva, P. C., Hernández-Hernández, E., Sifuentes-Nieves, I., Lara-Sánchez, J. F., Ledezma-Pérez, A. S., Alvarado-Canché, C. N., & Ramírez-Vargas, E. (2023). Active Mono-Material Films from Natural and Post-consumer Recycled Polymers with Essential Oils for Food Packaging Applications. *Journal of Polymers and the Environment*, 0123456789. <https://doi.org/10.1007/s10924-023-02943-6>
- Franca, A. S. (2017). Fruits and Vegetables. In *Spectroscopic Methods in Food Analysis*. Woodhead Publishing Limited. <https://doi.org/10.3362/9781780441368.003>
- Friné, V.-C., Hector, A.-P., Manuel, N.-D. S., Estrella, N.-D., & Antonio, G. J. (2019). Biodegradable PLA Food Packaging Hold *Alternaria alternata*. *Polymers*, 11, 1720.
- Haro-González, J. N., Castillo-Herrera, G. A., Martínez-Velázquez, M., & Espinosa-Andrews, H. (2021). Clove essential oil (*Syzygium aromaticum* l. myrtaceae): Extraction, chemical composition, food applications, and essential bioactivity for human health. *Molecules*, 26(21). <https://doi.org/10.3390/molecules26216387>
- Hasheminejad, N., Khodaiyan, F., & Safari, M. (2019). Improving the antifungal activity of clove essential oil encapsulated by chitosan nanoparticles. *Food Chemistry*, 275(September 2018), 113–122. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.09.085>
- Hernández, E. (2022). *Determinacion del grado de desintegracion de materiales plasticos bajo condiciones de composteo simulado a nivel laboratorio. NORMA ISO 20200.*
- Herrera, A., Rodríguez, F. J., Bruna, J. E., Abarca, R. L., Galotto, M. J., Guarda, A., Mascayano, C., Sandoval-Yáñez, C., Padula, M., & Felipe, F. R. S. (2019). Antifungal and physicochemical properties of inclusion complexes based on β -cyclodextrin and essential oil derivatives. *Food Research International*, 121(July 2018), 127–135. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2019.03.026>
- Jang, M. H., Piao, X. L., Kim, J. M., Kwon, S. W., & Park, J. H. (2008). Inhibition of cholinesterase and amyloid- β aggregation by resveratrol oligomers from *Vitis*

- amurensis. *Phytotherapy Research*, 22(4), 544–549. <https://doi.org/10.1002/ptr>
- Jian, J., Xiangbin, Z., & Xianbo, H. (2020). Advanced Industrial and Engineering Polymer Research An overview on synthesis , properties and applications of poly (butylene-adipate- co -terephthalate) e PBAT. *Advanced Industrial and Engineering Polymer Research*, 3(1), 19–26. <https://doi.org/10.1016/j.aiepr.2020.01.001>
- Jiang, S., Zhao, T., Wei, Y., Cao, Z., Xu, Y., Wei, J., Xu, F., Wang, H., & Shao, X. (2021). Preparation and characterization of tea tree oil/ hydroxypropyl- β -cyclodextrin inclusion complex and its application to control brown rot in peach fruit. *Food Hydrocolloids*, 121(July), 107037. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2021.107037>
- Joana Rodríguez Sepúlveda, Lady, & Eduardo Orrego Alzate, C. (2016). Aplicaciones de mezclas de biopolímeros y polímeros sintéticos: revisión bibliográfica Applications of biopolymers and synthetic polymers blends: literature review Aplicações de misturas de biopolímeros e polímeros sintéticoc: revisão da literatura. *Revista Científica*, 25, 252–264. <https://doi.org/10.14483/udistrital.jour.RC.2016.25.a9>
- Kalembe, D., & Kunicka, A. (2005). Antibacterial and Antifungal Properties of Essential Oils. *Current Medicinal Chemistry*, 10(10), 813–829. <https://doi.org/10.2174/0929867033457719>
- Kanwal, A., Zhang, M., Sharaf, F., & Li, C. (2022). Polymer pollution and its solutions with special emphasis on Poly (butylene adipate terephthalate (PBAT)). *Polymer Bulletin*, 79(11), 9303–9330. <https://doi.org/10.1007/s00289-021-04065-2>
- Kong, P., Abe, J. P., Masuo, S., & Enomae, T. (2023). Preparation and characterization of tea tree oil- β -cyclodextrin microcapsules with super-high encapsulation efficiency. *Journal of Bioresources and Bioproducts*, 8(3), 224–234. <https://doi.org/10.1016/j.jobab.2023.03.004>
- Liu, Y., Sameen, D. E., Ahmed, S., Wang, Y., Lu, R., Dai, J., Li, S., & Qin, W. (2022). Recent advances in cyclodextrin-based films for food packaging. *Food Chemistry*, 370(February 2021), 131026. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2021.131026>
- Maniruzzaman, M., Boateng, J. S., Snowden, M. J., & Douroumis, D. (2012). A Review of Hot-Melt Extrusion: Process Technology to Pharmaceutical Products. *ISRN*

Pharmaceutics, 2012, 1–9. <https://doi.org/10.5402/2012/436763>

- Marques, C. S., Carvalho, S. G., Bertoli, L. D., Villanova, J. C. O., Pinheiro, P. F., dos Santos, D. C. M., Yoshida, M. I., de Freitas, J. C. C., Cipriano, D. F., & Bernardes, P. C. (2019). β -Cyclodextrin inclusion complexes with essential oils: Obtention, characterization, antimicrobial activity and potential application for food preservative sachets. *Food Research International*, 119(January), 499–509. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2019.01.016>
- Martínez, G., & Gómez, M. A. (2007). *Ciclodextrinas: complejos de inclusión con polímeros*. 8(4), 300–312.
- Matencio, A., Navarro-Orcajada, S., García-Carmona, F., & López-Nicolás, J. M. (2020). Applications of cyclodextrins in food science. A review. *Trends in Food Science and Technology*, 104(July), 132–143. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2020.08.009>
- Menezes, P. P., Serafini, M. R., Quintans-Júnior, L. J., Silva, G. F., Oliveira, J. F., Carvalho, F. M. S., Souza, J. C. C., Matos, J. R., Alves, P. B., Matos, I. L., Hădărugă, D. I., & Araújo, A. A. S. (2014). Inclusion complex of (-)-linalool and β -cyclodextrin. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 115(3), 2429–2437. <https://doi.org/10.1007/s10973-013-3367-x>
- Mohandoss, S., Edison, T. N. J. I., Atchudan, R., Palanisamy, S., Prabhu, N. M., Napoleon, A. A., You, S. G., & Lee, Y. R. (2020). Ultrasonic-assisted efficient synthesis of inclusion complexes of salsalate drug and β -cyclodextrin derivatives for potent biomedical applications. *Journal of Molecular Liquids*, 319, 114358. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2020.114358>
- Mohanty, S., & Nayak, S. K. (2010). Biodegradable nanocomposites of poly (butylene adipate-co-terephthalate) (PBAT) with organically modified nanoclays. *International Journal of Plastics Technology*, 14(2), 192–212. <https://doi.org/10.1007/s12588-010-0018-y>
- Mura, P. (2015). Analytical techniques for characterization of cyclodextrin complexes in the solid state: A review. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 113, 226–238. <https://doi.org/10.1016/j.jpba.2015.01.058>

- Nurdjannah, N., & Bermawie, N. (2012). Cloves. *Handbook of Herbs and Spices: Second Edition, 1*, 197–215. <https://doi.org/10.1533/9780857095671.197>
- Ozkan, G., Franco, P., De Marco, I., Xiao, J., & Capanoglu, E. (2019). A review of microencapsulation methods for food antioxidants: Principles, advantages, drawbacks and applications. *Food Chemistry*, *272*, 494–506. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.07.205>
- PNUMA. (2021). Plástico en números Los plásticos de un solo, envases que se desechan tras un solo uso. PROFECO. <https://www.gob.mx/profeco/es/articulos/contaminacion-por-plastico?idiom=es#:~:text=Plástico en números Los plásticos de un solo, envases que se desechan tras un solo uso.>
- Robles-Azuna, L. E., & Ochoa-Martínez, L. A. (2012). Disponible en: <http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=81325441002>. *Revista Iberoamericana de Tecnología Postcosecha*, *13*(2), 109–122.
- Rodrigues, S. C. S., De Mesquita, F. A. S., De Carvalho, L. H., Alves, T. S., Folkersma, R., Araújo, R. S. D. R. M., Oliveira, A. D., & Barbosa, R. (2021). Preparation and characterization of polymeric films based on PLA, PBAT and corn starch and babassu mesocarp starch by flat extrusion. *Materials Research Express*, *8*(3). <https://doi.org/10.1088/2053-1591/abeaca>
- Sarmiento, J. (2022). *Técnicas de caracterización de polímeros: difracción de rayos x. March*.
- Sharma, S., Mulrey, L., Byrne, M., Jaiswal, A. K., & Jaiswal, S. (2022). Encapsulation of Essential Oils in Nanocarriers for Active Food Packaging. *Foods*, *11*(15), 1–21. <https://doi.org/10.3390/foods11152337>
- Shen, D., Chang, X., Zhou, L., Hao, D., Fang, Z., Shan, Y., Huang, L., & Li, G. (2024). Ultrasonic preparation of citral/hydroxypropyl- β -cyclodextrin inclusion complex: Application as a potential antifungal preservative in strawberry storage. *Food Control*, *155*(May 2023), 110046. <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2023.110046>
- Singla, M., & Sit, N. (2021). Application of ultrasound in combination with other technologies in food processing: A review. *Ultrasonics Sonochemistry*, *73*.

<https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2021.105506>

- Sun, C., Cao, J., Wang, Y., Chen, J., Huang, L., Zhang, H., Wu, J., & Sun, C. (2021). Ultrasound-mediated molecular self-assembly of thymol with 2-hydroxypropyl- β -cyclodextrin for fruit preservation. *Food Chemistry*, 363. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2021.130327>
- Tian, B., Xiao, D., Hei, T., Ping, R., Hua, S., & Liu, J. (2020). The application and prospects of cyclodextrin inclusion complexes and polymers in the food industry: a review. *Polymer International*, 69(7), 597–603. <https://doi.org/10.1002/pi.5992>
- Tsou, C.-H., Chen, Z.-J., Yuan, S., Ma, Z.-L., Wu, C.-S., Yang, T., Jia, C.-F., & Reyes De Guzman, M. (2022). The preparation and performance of poly(butylene adipate) terephthalate/corn stalk composites. *Current Research in Green and Sustainable Chemistry*, 5(July), 100329. <https://doi.org/10.1016/j.crgsc.2022.100329>
- Uppal, S., Kaur, K., Kumar, R., Kahlon, N. K., Singh, R., & Mehta, S. K. (2017). Encapsulation of Benzyl Isothiocyanate in cyclodextrin using ultrasonication methodology to enhance its stability for biological applications. In *Ultrasonics Sonochemistry* (Vol. 39). <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2017.04.007>
- Valero, C., & Ruiz, M. (1998). Equipos de medida de calidad organoléptica en frutas. *Dirección General de Investigación de La Comunidad Autónoma de Madrid*, 1–6. http://oa.upm.es/6393/1/Valero_79.pdf
- Velázquez-Contreras, F., Zamora-Ledezma, C., López-González, I., Meseguer-Olmo, L., Núñez-Delgado, E., & Antonio Gabaldón, J. (2021). Cyclodextrins in Polymer-Based Active Food Packaging: *Polymers*, 14(104), 1–29. <https://doi.org/10.3390/polym14010104>
- Villaverde, J., Morillo, E., Pérez-Martínez, J. I., Ginés, J. M., & Maqueda, C. (2004). Preparation and Characterization of Inclusion Complex of Norflurazon and β -Cyclodextrin to Improve Herbicide Formulations. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52(4), 864–869. <https://doi.org/10.1021/jf0350358>
- Walter M. Matsumoto, Robert A. Skillman, and A. E. D. (2004). This is a reproduction of a library book that was digitized by Google as part of an ongoing effort to preserve the

information in books and make it universally accessible . *Biologia Centrali-Americana*, 2, v–413.

- Wang, Q., Chen, W., Zhu, W., McClements, D. J., Liu, X., & Liu, F. (2022). A review of multilayer and composite films and coatings for active biodegradable packaging. *Npj Science of Food*, 6(1). <https://doi.org/10.1038/s41538-022-00132-8>
- Yan, Y., Zhao, X., Wang, C., Fang, Q., Zhong, L., & Wei, Q. (2022). Preparation, Optimization, and Characterization of Inclusion Complexes of Cinnamomum longepaniculatum Essential Oil in β -Cyclodextrin. *Sustainability (Switzerland)*, 14(15). <https://doi.org/10.3390/su14159513>
- Yang, X., Zhao, D., Ge, S., Bian, P., Xue, H., & Lang, Y. (2023). Alginate-based edible coating with oregano essential oil/ β -cyclodextrin inclusion complex for chicken breast preservation. *International Journal of Biological Macromolecules*, 251(August), 1–12. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.126126>
- Yang, Z., Peng, H., Wang, W., & Liu, T. (2010). Crystallization behavior of poly(ϵ -caprolactone)/layered double hydroxide nanocomposites. *Journal of Applied Polymer Science*, 116(5), 2658–2667. <https://doi.org/10.1002/app>
- Zapata, L., Heredia, A., Malleret, A., Quinteros, F., Cives, H., & Carlazara, G. (2013). Evaluación de parámetros de calidad que ayuden a definir la frecuencia de recolección de bayas de arándanos. *Revista Iberoamericana de Tecnología Postcosecha*, 14(2), 186-194.
- Zhang, Q., Jiang, M., Wang, G., & Zhou, G. (2020). Novel biobased high toughness PBAT/PEF blends: Morphology, thermal properties, crystal structures and mechanical properties. *New Journal of Chemistry*, 44(7), 3112–3121. <https://doi.org/10.1039/c9nj04861h>