



TECNOLÓGICO NACIONAL DE MÉXICO CAMPUS CALKINÍ

“Efecto del pH en la extracción del almidón de huaya (*Melicocus bijugatus*) sobre sus propiedades como almidón termoplástico”

TESIS

JORGE ANDRÉ CANTO ROSADO

Como requisito para obtener el grado de:

MAESTRO EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA

Director de tesis:

DR. EMILIO PÉREZ PACHECO

Calkiní, Campeche, México





Instituto Tecnológico Superior de Calkiní, en el Estado de Campeche

Calkiní, Campeche a 24 de enero de 2024.

El Comité de tesis del candidato (a) a grado de maestro: JORGE ANDRE CANTO ROSADO, constituido por CC. Dr. Emilio Pérez Pacheco, Dr. Mario Adrián de Atocha Dzúl Cervantes, Dra. Yamile Pérez Padilla y Dr. Yasser Alejandro Chim Chi, habiéndose reunido con el fin de evaluar el contenido teórico-metodológico y de verificar la estructura y formato de la tesis titulada: **Efecto del pH en la extracción del almidón de huaya (*Melicocus bijugatus*) sobre sus propiedades como almidón termoplástico**, que presenta como requisito para obtener el grado de Maestro (a) en Ciencias de la Ingeniería, según lo establece el Capítulo 2, inciso 2.15.5, de los Lineamientos para la Operación de los Estudios de Posgrado del Tecnológico Nacional de México, dictaminaron su aprobación para que pueda ser presentada en el examen de grado correspondiente.

ATENTAMENTE



DR. EMILIO PÉREZ PACHECO
DIRECTOR DE TESIS



DR. MARIO ADRIÁN DE ATOCHA DZÚL CERVANTES
CO-DIRECTOR DE TESIS



DR. YASSER ALEJANDRO CHIN CHI
TUTOR



DRA. YAMILE PÉREZ PADILLA
TUTOR

Av. Ah Camul x/v por Carretera Federal - C.P. 24900 - Calkiní, Campeche
www.itescam.edu.mx - Tel. (981) 8292042 Ext. 1004

CPI-FO-03-07
Carta de liberación de tesis
Vigente desde: Enero 2023
Revisión: 03



EDUCACIÓN
SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA



TECNOLÓGICO
NACIONAL DE MÉXICO

Instituto Tecnológico Superior de Calkiní
Departamento de Posgrado e Investigación

Calkiní, Campeche a 15 de febrero de 2024.

Asunto: Autorización de Impresión de tesis

JORGE ANDRE CANTO ROSADO
PRESENTE.

Me es grato comunicarle que después de la revisión realizada por el jurado designado para su examen de grado de Maestría en Ciencias de la Ingeniería, se acordó autorizar la impresión de su tesis titulada:

**"Efecto del pH en la extracción del almidón de huaya (*Melicocus bijugatus*)
sobre sus propiedades como almidón termoplástico"**

Para la institución es muy satisfactorio compartir con usted el logro de esta meta.

ATENTAMENTE

DR. LUIS ALFONSO CAN HERRERA
COORDINACIÓN DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN



INSTITUTO TECNOLÓGICO SUPERIOR
DE CALKINÍ

"DEPARTAMENTO DE
POSGRADO E INVESTIGACIÓN"

CLAVE 04MSU0013P
CALKINÍ, CAMPECHE, MÉXICO



Av. Ah Canul S/N por Carretera Federal, Calkiní, Campeche, C.P. 24900
Tel. 996-8134870, Ext. 1004, e-mail: coordinacion.posgrado@itescam.edu.mx,
itescam.edu.mx



Calkiní, Campeche a 15 de FEBRERO de 2024.

DECLARATORIA DE PROPIEDAD

Declaro que la información contenida en las secciones de materiales y métodos, resultados y discusión de este documento, es producto del trabajo de investigación realizado durante mis estudios de posgrado y con base en los términos de la Ley Federal del Derecho de Autor y la Ley de la Propiedad Industrial le pertenece patrimonialmente al Tecnológico Nacional de México - Campus Calkiní. En virtud de lo manifestado reconozco que los productos intelectuales o desarrollos tecnológicos que se deriven de lo correspondiente a dicha información son propiedad de la citada institución educativa.



JORGE ANDRE CANTO ROSADO



Instituto Tecnológico Superior de Calkiní, en el Estado de Campeche

Calkiní, Campeche a 02 de Febrero de 2024

Asunto: Carta de liberación de plagio

Dr. Luis Alfonso Can Herrera
Jefe del Departamento de Posgrado e Investigación
PRESENTE

Por este medio, me permito informarle que con base en los resultados obtenidos por el software institucional *Turnitin similarity*, es posible afirmar que el porcentaje de similitud de la tesis (15%), es menor al máximo permitido por el consejo académico. La tesis analizada corresponde al estudiante **JORGE ANDRE CANTO ROSADO** con número de matrícula G22137974 perteneciente al Programa de Maestría en Ciencias de la Ingeniería, cuyo título de tesis es **"Extracción del Almidón de Huaya (*Melicocus bijugatus*) sobre sus Propiedades como Almidón Termoplástico,"** dirigida por el Dr. Emilio Pérez Pacheco.

Con base a lo descrito anteriormente, se establece la tesis como **LIBERADA DE PLAGIO**.

Sin otro particular, aprovecho la ocasión para enviarle un cordial saludo.

ATENTAMENTE

DR. RACIEL JAVIER ESTRADA LEÓN
PRESIDENTE DEL CONSEJO DE POSGRADO

ÍNDICE

Tabla de contenido

1.-INTRODUCCIÓN	10
CAPITULO I	10
ANTECEDENTES	10
1.1 Definición de almidón	10
1.2 Almidón termoplástico (TPS)	11
1.3 Bioplásticos	11
1.3.1 Materiales biobasados	11
1.3.2. Materiales biodegradables	12
1.3.3 Material compostable	12
1.3.4 Clasificación de los polímeros biodegradables	13
1.4 Materiales naturales para empaques	13
1.4.1 Polisacáridos	13
1.4.2 Hidrocoloides, lípidos/grasas	14
1.4.3 Colágeno/gelatina	14
TECNICAS DE CARACTERIZACION	14
1.5 Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier	14
1.5.1 Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier del almidón de maíz	14
1.5.2 Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier de papa	16
1.6.- Microscopio electrónico de barrido	17
1.6.1.-microscopio electrónico de barrido del almidón de maíz	17
1.6.2.-microscopio electrónico de barrido del almidón de papa	18
1.7.-Análisis termogravimétrico del almidón	20
1.7.1-Análisis termogravimétrico del almidón maíz	20
1.7.2-Análisis termogravimétrico del almidón de papa	21
1.8.- PROPIEDADES MECANICAS DE PELICULAS	21
1.8.1- PROPIEDADES MECANICAS DE PELICULAS DE MAIZ	21
1.8.2- PROPIEDADES MECANICAS DE PELICULAS DE PAPA	23

1.9 aislamiento de gránulos de almidón con método alcalino	25
1.9.1 aislamiento de gránulos de almidón con método alcalino mesocarpio de babasú	25
1.9.2 aislamiento de gránulos de almidón con método alcalino semillas de Ramón	25
1.9.3 aislamiento de gránulos de almidón con método alcalino mijo perla	26
1.10 aislamiento de gránulos de almidón con método ácido	27
1.10.1 Efecto de los aditivos alimentarios en la retrogradación del almidón	27
1.10.2 Aislamiento y caracterización parcial del almidón de cultivares de banano cultivados en Colombia	28
1.10.3 Mejora del almidón resistente de los almidones de arroz bajo una combinación de tratamientos ácidos y térmico-humedad	29
1.10.4 Características de los almidones y féculas de guisantes, lentejas y habas aislados de harinas clasificadas al aire en comparación con los almidones y féculas comerciales	30
PROBLEMÁTICA:	32
JUSTIFICACIÓN	33
HIPOTESIS:	34
Objetivo general:	34
Objetivos específicos:	34
METAS	34
CAPITULO II	35
2. MATERIALES Y MÉTODOS	35
2.1 Extracción de almidón	35
2.1.1 Aislamiento usando bisulfito de sodio/Método 1(M1).....	35
2.1.2 Aislamiento con agua destilada/Método 2 (M2)	35
2.1.3 Remojo ácido/Método 3 (M3).....	36
2.2 Elaboración de películas de almidón	36
2.3 Análisis de espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)	36
2.4 Morfología del gránulo y tamaño de partícula (SEM).....	37
2.5 El análisis termogravimétrico (TGA)	37
2.6 Propiedades mecánicas de las películas	37
2.7 El análisis de difracción de rayos x (DRX).....	37
Capítulo III: Resultados y Discusiones	37
3.RESULTADOS Y DISCUCIONES	38

3.1Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier	38
3.2Morfología de los gránulos de almidón.....	39
3.3 ANALISIS DE TERMOGRAVIMETRICO (TGA)	41
3.4 Difractómetro de rayos x (DRX)	42
3.5 PROPIEDADES MECÁNICAS DE LAS PELÍCULAS.....	43
Capítulo IV: CONCLUSIONES.....	43

INDICE DE ILUSTACIONES

figura 1 Clasificación de los materiales biodegradables según su origen(Aldas Carrasco, 2021; Khan et al., 2017)	13
figura 2Espectro infrarrojo por transformada de Fourier del polvo de almidón de maíz coloreado(Liang et al., 2021).....	15
figura 3 FTIR pattern of the different xerogel formulations(Lozano-Vazquez et al., 2021) 15	
figura 4Espectros FTIR de (a) almidón de maíz y b película de almidón de maíz modificado(Kumar et al., 2021).....	16
figura 5Espectro FTIR de fécula de patata antes y después de pegar mostrando picos característicos. El pico entre 3800 y 3000 cm^{-1} representa el estiramiento del enlace O-H, mientras que los picos a $\sim 1082 \text{ cm}^{-1}$ representan la flexión del enlace C-H(Jagadeesan et al., 2020).	16
figura 6 Espectros FTIR de almidón de patata y puntos cuánticos de carbono(Qiang et al., 2019).....	17
figura 7 Micrografías SEM de almidón de maíz, superficie TPS(Santos & Spinace, 2021)	18
figura 8 Imágenes SEM de almidón de maíz modificado con ácido cítrico (a y b) y película compuesta (c y d) (Kumar et al., 2021).....	18
figura 9 g) fécula de patata autóctona; h) fécula de patata después del ultrasónico (Zhang et al., 2018)	19
figura 10 Electrón de barrido (1000 $\times$, A1-A4)(Guo et al., 2022).....	19
figura 11 análisis de TGA de almidón de maíz	20
figura 12 Análisis de TGA de termoplástico de almidón de maíz.....	21
figura 13 Análisis de TGA de almidón de papa.....	21
figura 14 resistencia a la tracción de película de almidón de maíz	22
figura 15 Curvas de deformación por estrés para películas de almidón de maíz.....	23
figura 16 películas de almidón con diferentes contenidos de glicerol	23
figura 17 Resistencia a la tracción de las películas con nano-SiO ₂	24
figura 18 Distribución de frecuencia granular del almidón aislado	25
figura 19 FTIR Aislamiento	38
figura 20 Morfología de los gránulos de almidón	39
figura 21 Difractómetro de rayos x (DRX) M1.....	42
figura 22Difractómetro de rayos x (DRX) M2.....	42
figura 23Difractómetro de rayos x (DRX) M3.....	42

RESUMÉN

En los últimos años, la investigación se ha centrado en materiales biodegradables para reemplazar los plásticos a base de petróleo para aplicaciones de envasado de alimentos. Para este propósito, los biopolímeros se consideran el material más prometedor debido a su naturaleza biodegradable y sus propiedades de larga vida útil. El almidón es un biopolímero renovable, barato y abundantemente disponible. El TPS es muy prometedor entre los materiales de base biológica disponibles para la producción de plástico biodegradable. TPS tiene algunas limitaciones; malas propiedades mecánicas y sensibilidad al agua. En este trabajo se muestra la influencia de los métodos de extracción de almidón podría afectar sus propiedades mecánicas.

ABSTRAC

In recent years, research has focused on biodegradable materials to replace petroleum-based plastics for food packaging applications. For this purpose, biopolymers are considered the most promising material due to their biodegradable nature and long-life properties. Starch is a renewable, cheap and abundantly available biopolymer. TPS shows great promise among the available bio-based materials for the production of biodegradable plastic. TPS has some limitations; poor mechanical properties and sensitivity to water. In this work shows the influence of starch extraction methods that could affect its mechanical properties.

1.-INTRODUCCIÓN

El almidón es un biopolímero prometedor para producir materiales biocompuestos porque es renovable, completamente biodegradable y fácilmente disponible a un bajo costo. El almidón termoplástico (TPS), en sí mismo, presenta propiedades mecánicas pobres, como baja resistencia a la tracción y deformaciones severas, lo que limita su aplicación en envases o películas. Además, TPS presenta alta higroscopicidad.

El TPS es compatible con el medio ambiente, es un material renovable y puede incorporarse al suelo como abono orgánico. La acumulación de materiales plásticos puede contribuir en cierta medida a la contaminación ambiental, aunque la mayoría de los materiales plásticos tradicionales son recalcitrantes (inertes al ataque microbiano), la contaminación que producen es fundamentalmente visual, es por ello que el interés hoy en día se ha dirigido al desarrollo de polímeros biodegradables obtenidos de recursos naturales renovables. En la actualidad hay mucha investigación básica y aplicada sobre el almidón, por ser un polímero natural barato y abundante. El desarrollo y producción de almidón termoplástico biodegradable (Thermoplastic starch, TPS) se considera importante para reducir la cantidad total de desechos plásticos sintéticos en el mundo.

El uso de biopolímeros renovables en el diseño de alimentos activos, el embalaje ha recibido mucha atención debido a su biodegradabilidad, biocompatibilidad y no toxicidad natural, presenta potencial para aplicaciones en las industrias alimentaria, cosmética, biomédica, agrícola y química debido a su biodegradabilidad, biocompatibilidad, excelente capacidad de formación de películas y actividad biológica(Wu et al., 2019).

A pesar de los numerosos méritos y propiedades únicas de la película quitosano prístina, su aplicación práctica está limitada debido a su fragilidad, baja resistencia mecánica y baja actividad antibacteriana(Wu et al., 2019).

CAPITULO I

ANTECEDENTES

1.1 Definición de almidón

Sustancia blanca, inodora, insípida, granulada o en polvo, que abunda en otras feculentas, como la papa o los cereales; se emplea en la industria alimentaria, textil y papelera(Avila Mendiola & Montesinos Schaeffer, 2021).

1.2 Almidón termoplástico (TPS)

El TPS es un material que se obtiene por la disrupción (modificación) estructural que se da dentro del gránulo de almidón cuando este es procesado con un bajo contenido de agua y la acción de fuerzas térmicas y mecánicas en presencia de plastificantes que no se evaporan fácilmente durante el procesamiento(Montilla-Buitrago et al., 2021).

El TPS presenta varios atributos, además de su biodegradabilidad, es un material renovable, flexible y se puede acondicionar muy fácilmente a diferentes procesos de termo plastificación usando equipos estándar utilizados en la fabricación de polímeros sintéticos, tales como inyección por moldeo, extrusión por soplado, moldeo por inyección, moldeo por compresión, extrusión de película plana y radiación(Montilla-Buitrago et al., 2021).

1.3 Bioplásticos

la obtención de biopolímeros a partir del almidón de papa, para ser utilizado como empaque de alimentos, se modificó el almidón con ácido acético al 5% obteniéndose un polímero con un 61,76% de amilosa y 38,28% de amilopectina(Alarcón Caverro & Arroyo Benites, 2016).

El rendimiento de producción de la matriz almidón-mezquite en un sistema de 60A:40M fue del 74%. Siendo este un importante parámetro desde el punto de vista económico, teniendo en cuenta el elevado costo de algunos agentes encapsulantes y del material activo(Reyes et al., 2020).

Una de las alternativas para obtener polímeros de fuentes renovables ha sido la obtención de materiales basados en biopolímeros, como por ejemplo polisacáridos, proteínas, lípidos y sus derivados. Sin embargo, el relativo alto costo respecto a los materiales sintéticos, y su bajo desempeño en cuanto a propiedades finales (ej.: mecánicas, barrera, etc.) ha dificultado su aceptación y reemplazo de los materiales provenientes del petróleo(Aldas Carrasco, 2021).

1.3.1 Materiales biobasados

los polímeros biobasados son materiales que provienen de fuentes renovables como cereales, maíz, patatas, caña de azúcar, remolacha, yuca, tapioca y aceites vegetales(Lerma-Canto et al., 2021). Estos materiales se pueden producir mediante sistemas biológicos (es decir, microorganismos, plantas y animales) o pueden ser sintetizados químicamente a partir de materiales biobasados o biomasa(Lerma-Canto et al., 2021). El contenido de base biológica y la biodegradabilidad son elementos esenciales para

los envases desechables de un solo uso y de vida corta y los plásticos de consumo. Por ejemplo, el almidón termoplástico en combinación con poli(alcohol vinílico) o algunos poliésteres alifáticos como poli(hidroxibutirato-co hidroxivalerato), poli(ácido láctico), poli(ϵ -caprolactona) y poli(butanodisuccinato) parece haber ganado aprobación como cumple con los requisitos básicos para que un producto sea declarado compostable(Luckachan et al., 2011).

1.3.2. Materiales biodegradables

los polímeros biodegradables son materiales susceptibles para degradarse en pequeñas moléculas, entre ellas agua, metano (CH_4), dióxido de carbono (CO_2) y biomasa, por acción de los microorganismos, bajo condiciones específicas. Estos polímeros biodegradables pueden provenir de fuentes renovables, así como también de recursos fósiles(Aldas Carrasco, 2021).

1.3.3 Material compostable

Según la norma ASTM D 6400-99, el plástico biodegradable se define como un plástico degradable en el que la degradación resulta de la acción de microorganismos naturales como bacterias, hongos y algas. El plástico compostable es un plástico que sufre degradación por procesos biológicos. durante el compostaje para producir CO_2 , agua, compuestos inorgánicos y biomasa a una tasa consistente con otros materiales compostables y no deja residuos visibles, distinguibles o tóxicos(Aldas Carrasco, 2021; Luckachan et al., 2011).

1.3.4 Clasificación de los polímeros biodegradables

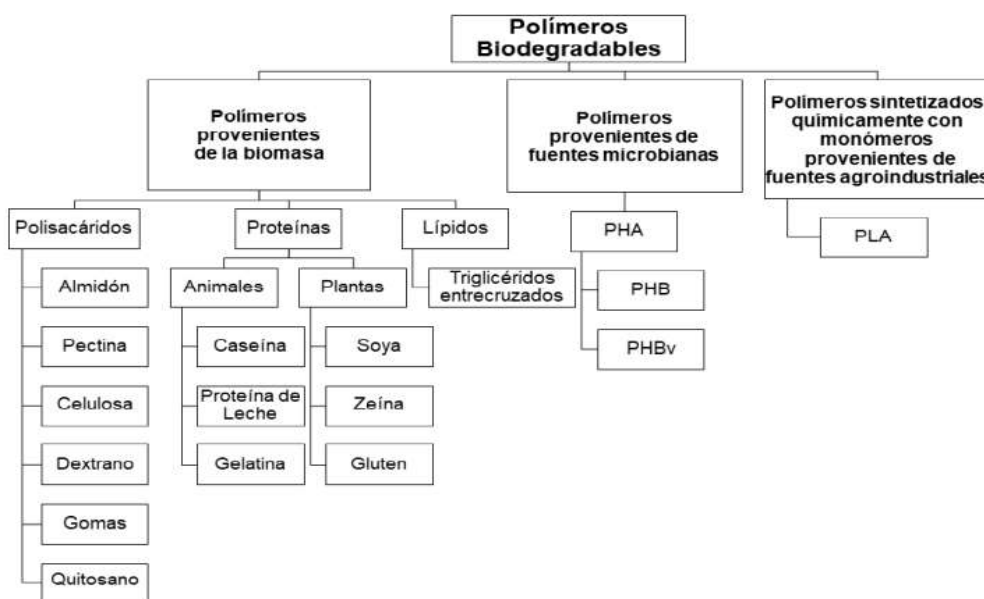


figura 1 Clasificación de los materiales biodegradables según su origen(Aldas Carrasco, 2021; Khan et al., 2017)

1.4 Materiales naturales para empaques

El reemplazo total de los plásticos sintéticos por materiales biodegradables para la elaboración de empaques no se ha logrado hasta el presente, no obstante, si se han sustituido algunos polímeros sintéticos por otros naturales, en aplicaciones específicas. Tales reemplazos han permitido el desarrollo de productos con características específicas relacionadas con las propiedades de barrera, mecánicas y térmicas en determinados empaques como películas, protectores espumas, envolturas, platos, tasas, cucharas, bolsas, etc(López et al., 2019).

1.4.1 Polisacáridos

Los polisacáridos son conocidos por su estructura compleja y diversidad funcional. La estructura lineal de algunos de estos polisacáridos es, por ejemplo, la celulosa (1,4-b-D-glucano), la amilosa (un componente del almidón 1, 4-a-D-glucano) y el quitosano (1, 4-b-D- polímero de glúcidos), les proporcionan a algunas películas dureza, flexibilidad y transparencia; las películas son resistentes a las grasas aceites. El entrelazamiento, por ejemplo, del quitósan con aldehídos hace la película más dura, insoluble en agua y le proporciona una alta resistencia (López et al., 2019)

El almidón es otra materia prima en abundancia, específicamente el que proviene del maíz, tiene propiedades termoplásticas cuando se realiza disrupción estructural a nivel molecular. La presencia de amilosa en un 70% en almidones de amilo-maíz da una estructura fuerte y más flexible a la película(López et al., 2019).

1.4.2 Hidrocoloides, lípidos/grasas

Dos tipos de biomoléculas son usados en la preparación de empaques biodegradables de película, los hidrocoloides y los lípidos. Individualmente, tienen una escasa integridad estructural y características funcionales; por ejemplo, los hidrocoloides no son una buena barrera contra la humedad, en cambio los lípidos, sí. Algunas formulaciones de las películas se han adaptado a necesidades específicas de comercialización; por ejemplo, las naranjas tienen una cáscara gruesa que está expuesta a condiciones anaeróbicas generando fácilmente el ciclo de senescencia y putrefacción, de tal manera que estas películas ricas en lípidos pueden retardar este efecto(López et al., 2019)

1.4.3 Colágeno/gelatina

Las películas de colágeno también son usadas tradicionalmente en la preparación de envolturas comestibles. El colágeno es el mayor constituyente de la piel, tendones y tejidos conectivos, y se encuentra extensamente distribuido en las proteínas fibrosas de los animales. La gelatina resulta de una hidrólisis parcial del colágeno, produce una película flexible y gruesa y las propiedades mecánicas mejoran cuando se utiliza cloruro de sodio (NaCl) en concentraciones bajas, (López et al., 2019).

TECNICAS DE CARACTERIZACION

1.5 Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier

1.5.1 Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier del almidón de maíz

La pérdida de masa de polvo de almidón de maíz coloreado (aproximadamente 15 mg) y los productos oxidados durante el proceso de calentamiento se obtuvieron al mismo tiempo

usando una combinación de analizador(Liang et al., 2021).

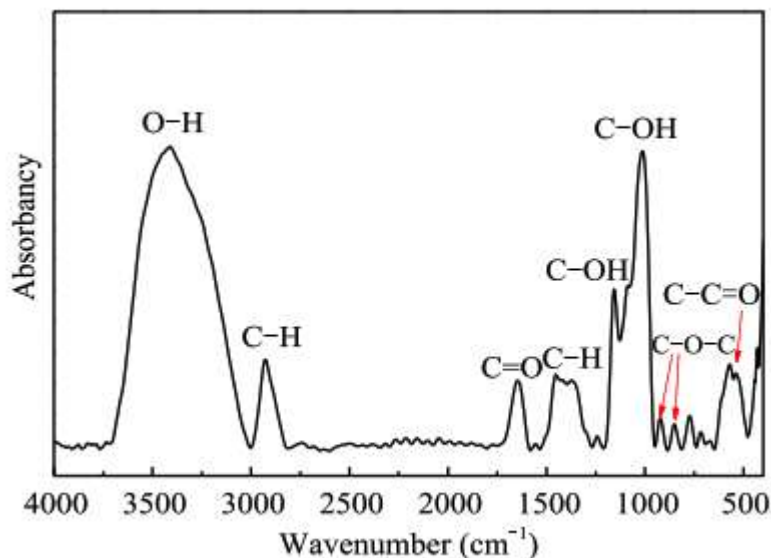


figura 2 Espectro infrarrojo por transformada de Fourier del polvo de almidón de maíz coloreado(Liang et al., 2021).

La banda ancha con pico en 1026 cm^{-1} es una huella dactilar de polisacáridos, particularmente de cadenas de almidón como lo indica el aumento de la intensidad con el contenido de almidón gelatinizado. Se considera que esta banda está compuesta por bandas superpuestas, con un pico situado a unos 1047 cm^{-1} característico de las cadenas más organizadas, un pico a unos 1022 cm^{-1} que se relaciona con estructuras amorfas y un pico a unos 1000 cm^{-1} ligado a estructuras hidratadas(Lozano-Vazquez et al., 2021).

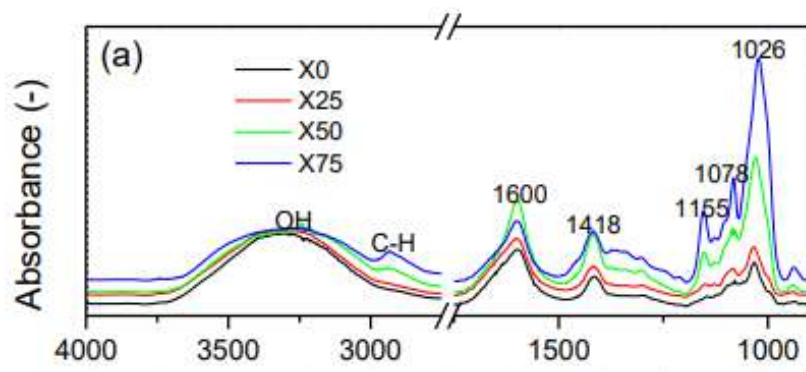


figura 3 FTIR pattern of the different xerogel formulations(Lozano-Vazquez et al., 2021)

Otros picos en el rango de 1628.17–1635.85 cm^{-1} fueron designados como hinchamiento de las películas de almidón con absorción de agua. Un pico en 1078.32 cm^{-1} indicó la vibración de estiramiento en el C-O y C-O-C debido a la hidrólisis de las películas de almidón. Algunos picos en el rango entre 990 y 1350 cm^{-1} indican estiramiento en glucosídico debido a la hidrólisis con ácido cítrico(Kumar et al., 2021).

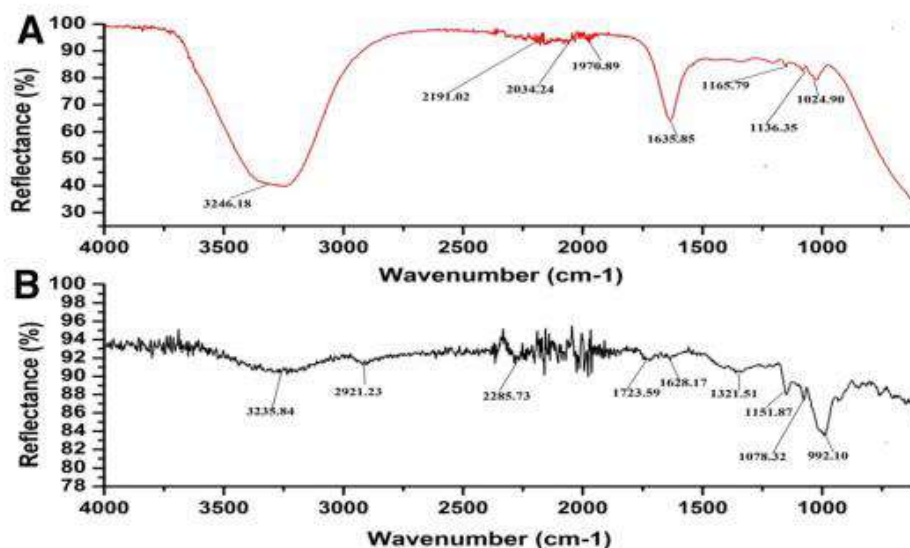


figura 4 Espectros FTIR de (a) almidón de maíz y b película de almidón de maíz modificado (Kumar et al., 2021)

1.5.2 Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier de papa

Se informó que tanto las muestras deshidratadas como las hidratadas de fécula de patata presentaron el pico en 1650 cm^{-1} , que corresponde al agua absorbida en las regiones amorfas del almidón. Ambos espectros vibratorios fueron similares, excepto por la intensidad reducida en las muestras hidratadas y un pico adicional a 2100 cm^{-1} , que se asignó al contenido de agua libre presente en las muestras hidratadas (Jagadeesan et al., 2020).

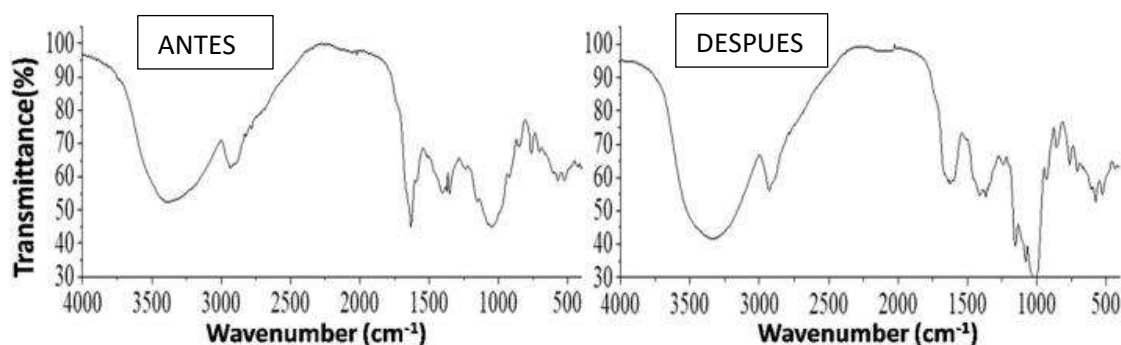


figura 5 Espectro FTIR de fécula de patata antes y después de pegar mostrando picos característicos. El pico entre $3800\text{ y }3000\text{ cm}^{-1}$ representa el estiramiento del enlace O-H, mientras que los picos a $\sim 1082\text{ cm}^{-1}$ representan la flexión del enlace C-H (Jagadeesan et al., 2020).

La ilustración 6 muestra los espectros FTIR de la fécula de patata y los puntos cuánticos de carbono. En el espectro del almidón de patata (curva negra), los picos de 3353, 2930 y 1051 cm^{-1} se pueden asignar a las vibraciones de estiramiento de O-H, C-H y C-O, respectivamente, mientras que el pico de 1173 cm^{-1} se puede atribuir a la vibración de estiramiento de C-C. En comparación con el almidón de patata, el espectro FTIR (Qiang et al., 2019).

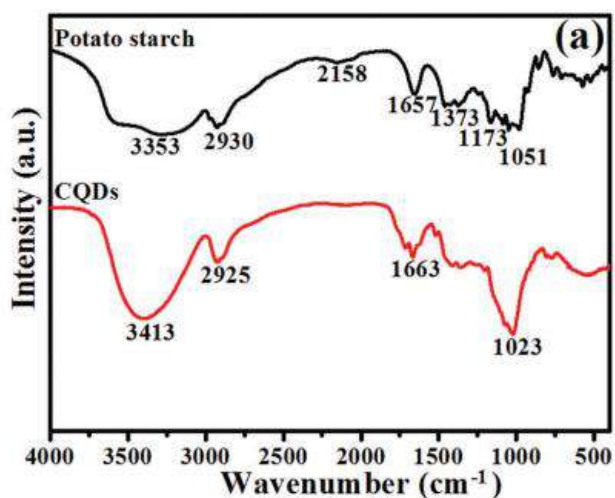


figura 6 Espectros FTIR de almidón de patata y puntos cuánticos de carbono (Qiang et al., 2019).

1.6.- Microscopio electrónico de barrido

1.6.1.-microscopio electrónico de barrido del almidón de maíz

El almidón de maíz presenta gránulos de forma poliédrica y redondeada, ilustración 7. El diámetro promedio obtenido para los gránulos de almidón de maíz fue de 12,43 ($\pm 2,85$) μm que es similar a lo reportado en la literatura (Santos & Spinace, 2021).

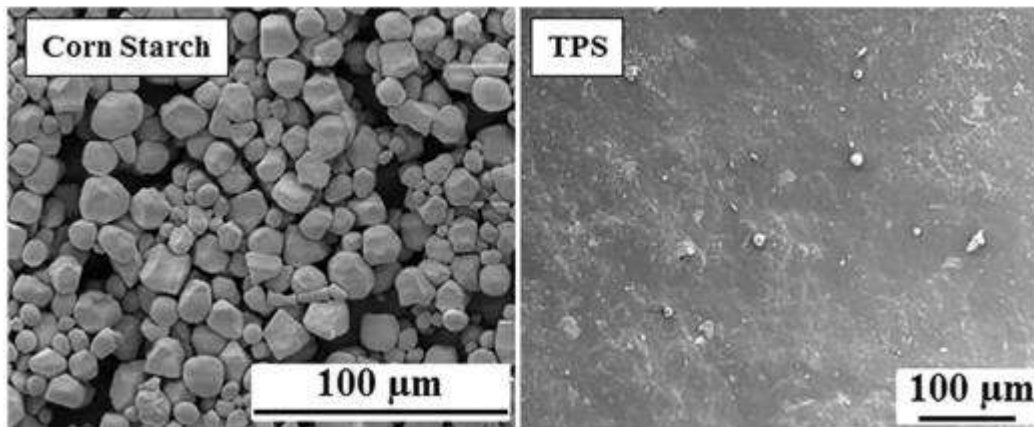


figura 7 Micrografías SEM de almidón de maíz, superficie TPS(Santos & Spinace, 2021)

Se estudiaron las imágenes SEM de almidón de maíz modificado y película compuesta para conocer la homogeneidad y compatibilidad de la película preparada Ilustración 8. La superficie de las películas modificadas de almidón de maíz parecía homogénea, no porosa y ligeramente áspera. Resultados similares(Kumar et al., 2021).

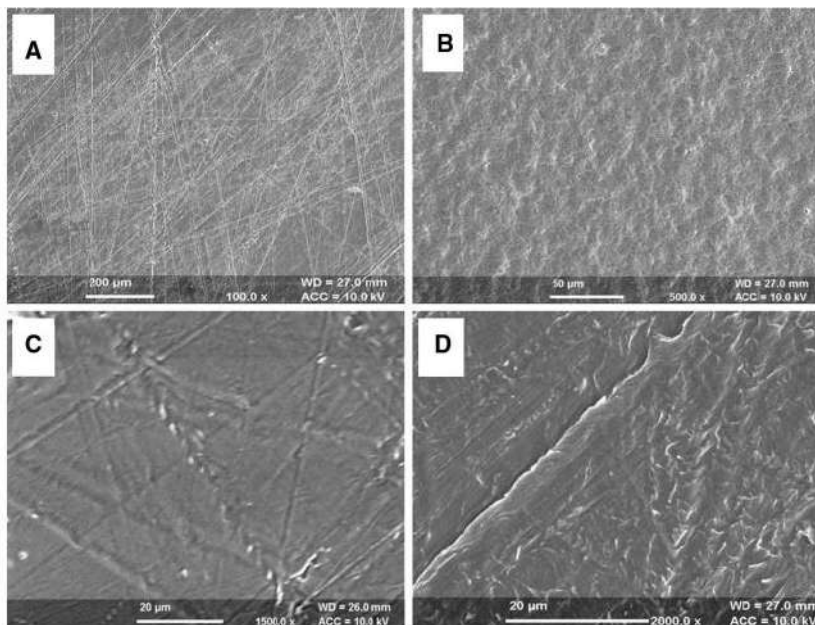


figura 8 Imágenes SEM de almidón de maíz modificado con ácido cítrico (a y b) y película compuesta (c y d) (Kumar et al., 2021)

1.6.2.-microscopio electrónico de barrido del almidón de papa

El almidón de patata nativo no era uniforme en forma y tamaño, y la superficie era plana y lisa. Después del ultasonico, las partículas de almidón tenían superficies rugosas con alguna protuberancia esférica, que se formaba por la agregación de sub microcristales y cristales(Zhang et al., 2018).

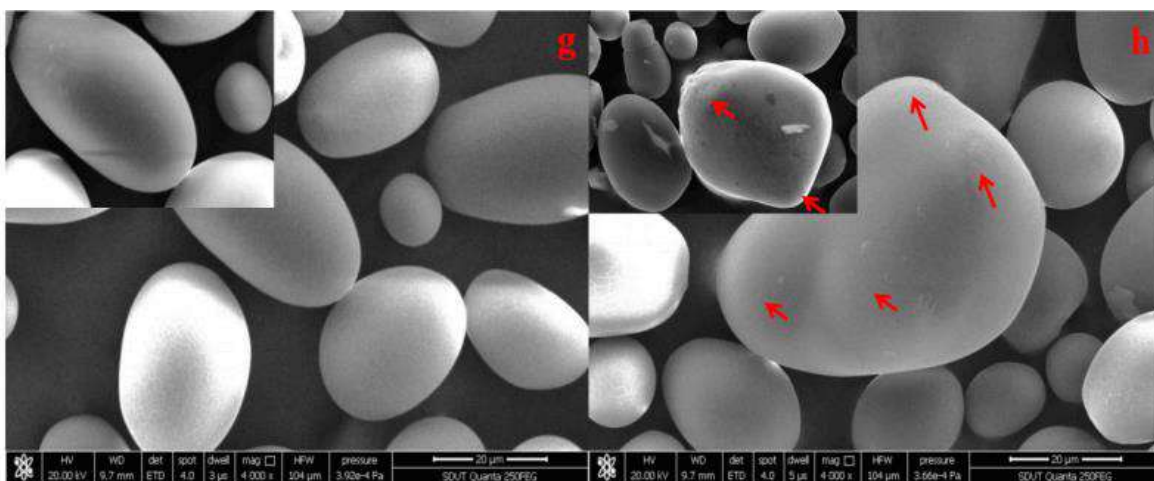


figura 9 g) fécula de patata autóctona; h) fécula de patata después del ultrasónico (Zhang et al., 2018)

Las bandas de 1047 , 1022 y 995 cm^{-1} están asociadas con la región cristalina, los dominios ordenados hidratados y los dominios amorfos de las moléculas de almidón, respectivamente. Los $995/1022\text{ cm}^{-1}$ y $1047/1022\text{ cm}^{-1}$, que podrían utilizarse para identificar la extensión de las hélices dobles y el grado de orden de las moléculas de almidón (Guo et al., 2022)

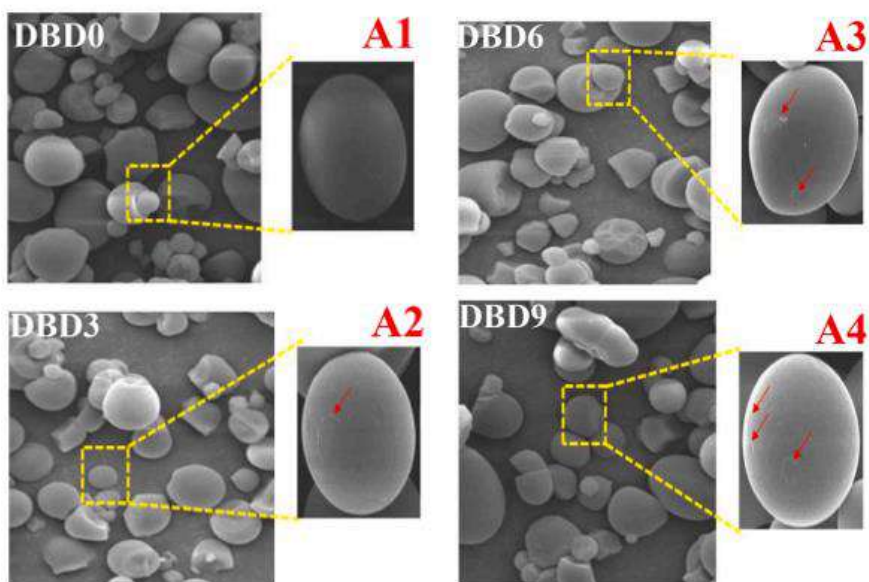


figura 10 Electrón de barrido (1000×, A1-A4) (Guo et al., 2022)

1.7.-Análisis termogravimétrico del almidón

1.7.1-Análisis termogravimétrico del almidón maíz

Se encontró que las películas de almidón eran más estables térmicamente al aumentar el porcentaje de micropartículas en forma de rosquilla, según lo confirmado por el análisis termogravimétrico.(Farrag et al., 2018)

1) la pérdida de masa atribuida a la deshidratación 331 entre 50 °C y 120 °C; 2) la etapa principal de degradación mostrada entre 150 °C y 332 260 °C se atribuye a la fase rica en glicerol de la película; 3) la etapa de degradación 333 de la fase rica en almidón de la película entre 260 °C y 400 °C; 4) la última degradación de 334 alrededor de 450 °C representa la pérdida de masa debida a la oxidación de la materia orgánica residual 335.(Farrag et al., 2018)

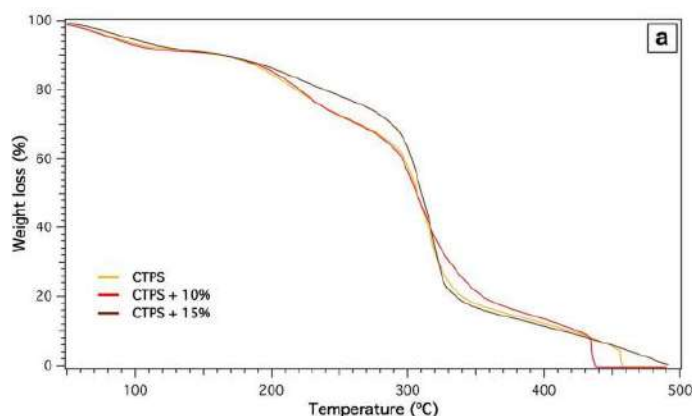


figura 11 análisis de TGA de almidón de maíz

Se realizaron análisis termogravimétricos en toda la muestra producida, con el fin de evaluar el efecto de las cenizas sobre la estabilidad térmica del almidón(Stasi et al., 2020)

Todas las muestras muestran una primera pérdida de peso por debajo de 150 °C, atribuida principalmente a la evaporación del agua y una segunda pérdida entre 150 °C y 350 °C, debido a la evaporación contemporánea del glicerol y la degradación del almidón. En particular, en comparación con el TPS, el contenido de agua disminuye en aproximadamente un 20%, 22% y 38% con un contenido de cenizas de carbono de 7 en peso, 14% en peso y 21 en peso, respectivamente (Stasi et al., 2020).

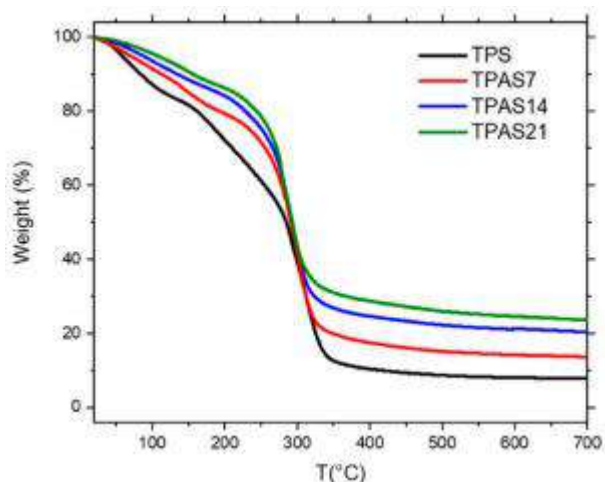


figura 12 Análisis de TGA de termoplástico de almidón de maíz

1.7.2-Análisis termogravimétrico del almidón de papa

también exhibió dos etapas distintas de pérdida de peso a 60-100 y 340-400 ° C, respectivamente. La pérdida de peso inicial (antes de 100 ° C) se debió generalmente a la evaporación del agua. La segunda etapa fue la principal zona de descomposición térmica del almidón de papa. La mezcla física de polifenoles con almidón nativo de papa tuvo características de pérdida de masa similares. Esto puede deberse al hecho de que contiene una gran cantidad de almidón de patata nativo (90%, p/p)(Lv et al., 2019).

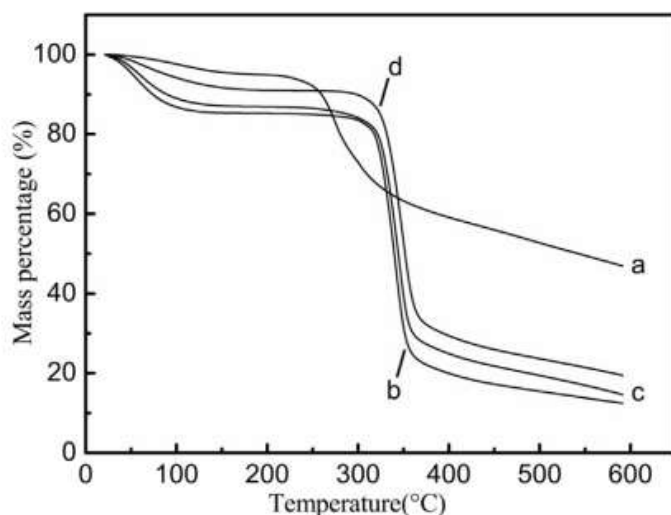


figura 13 Análisis de TGA de almidón de papa

1.8.- PROPIEDADES MECANICAS DE PELICULAS

1.8.1- PROPIEDADES MECANICAS DE PELICULAS DE MAIZ

En esta investigación, la resistencia a la tracción de la película alto contenido de almidón de maíz de amilosa fue de $7,58 \pm 0,35$ MPa. Fue superior a la resistencia a la tracción de

película de almidón de amilosa alta que contenía 40 % de glicerol ($5,05 \pm 0,55$ MPa) pero inferior a la de la película de almidón de amilosis alta en amilosis plastificada con 20 % de glicerol ($18,90 \pm 1,05$ MPa)(Zou et al., 2021).

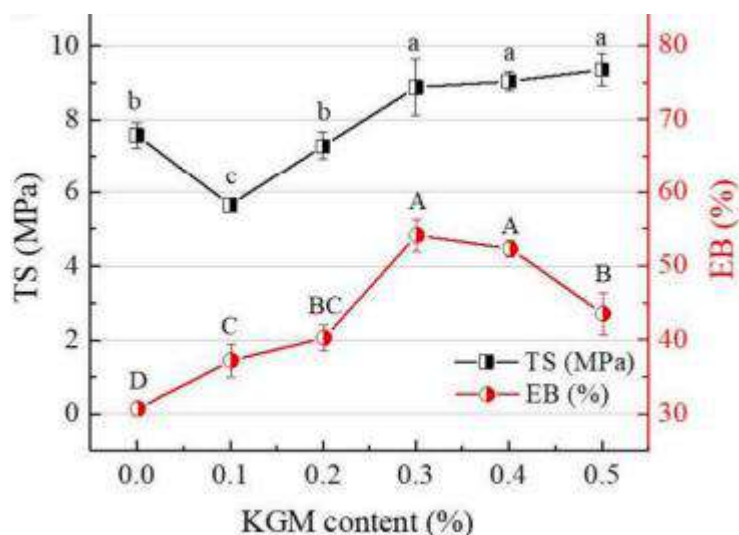


figura 14 resistencia a la tracción de película de almidón de maíz

algunas curvas representativas de tensión obtenidas para películas de almidón de maíz con alto contenido de amilosa plastificado con diferentes concentraciones de glicerol (g de glicerol/g de almidón de maíz con alto contenido de amilosa). Estas curvas son típicas de cualquier material viscoelástico. Al principio, el estrés aumentaba rápidamente y era proporcional a la tensión; es decir, el área de deformación elástica reversible (deformación elástica). Cuando se alcanzó el punto de elasticidad, comenzó el flujo de plástico y la tensión ya no era reversible. Esta parte se llama área de deformación de plástico. Durante el período de flujo de plástico, la curva se dobló continuamente lejos de la coordenada de tensión, lo que indica un aumento en la tasa de flujo a medida que se aplicaba la tensión. El flujo de plástico continuó hasta que la película se rompió (Bertuzzi et al., 2012).

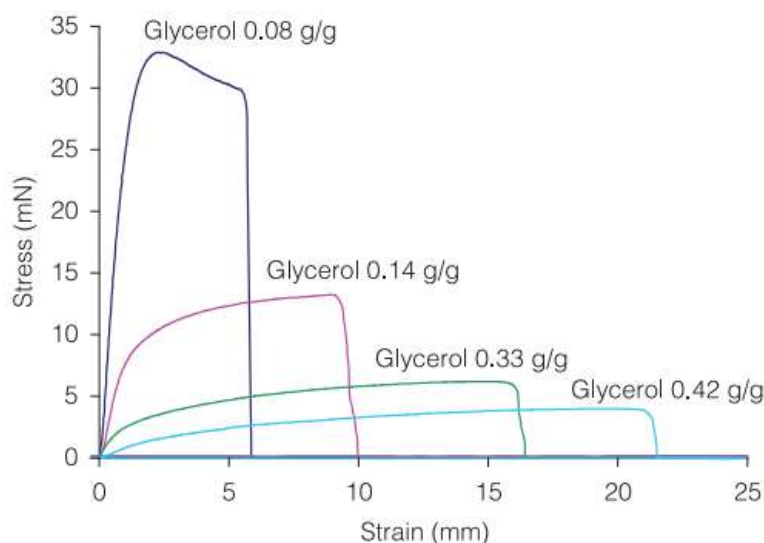


figura 15 Curvas de deformación por estrés para películas de almidón de maíz

1.8.2- PROPIEDADES MECANICAS DE PELICULAS DE PAPA

La propiedad mecánica es uno de los parámetros más importantes para evaluar las películas poliméricas, especialmente para las utilizadas como materiales de embalaje, ya que solo las películas lo suficientemente fuertes pueden sufrir altas fuerzas externas y proteger perfectamente los artículos internos. El valor máximo de 31,95% se obtuvo cuando el contenido de glicerol fue de 19,4%, en el que la resistencia a la tracción de la película de almidón de papa fue de 12,82 MPa, ligeramente inferior al valor más alto que se pudo obtener en nuestros experimentos, pero superior al valor mínimo (10 MPa) requerido. Esto implicaba que la película OPS podría cumplir con la resistencia a la tracción deseable como material de embalaje(Hu et al., 2009).

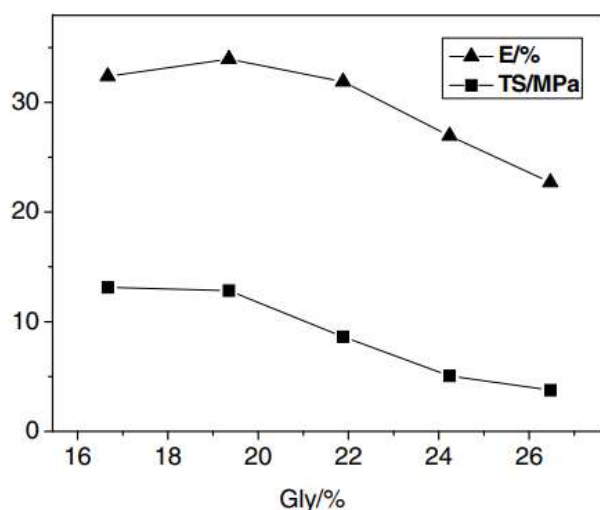


figura 16 películas de almidón con diferentes contenidos de glicerol

Las películas de fécula de patata de control exhibieron una resistencia a la tracción más baja (15,1 MPa) que la de las películas de nano-SiO₂/fécula de patata. La incorporación del nano-SiO₂ afectó significativamente la resistencia a la tracción de las películas de fécula de patata(Zhang et al., 2018).

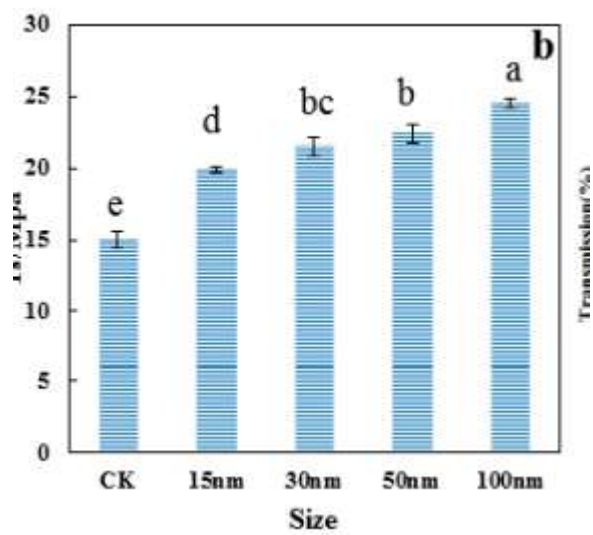


figura 17 Resistencia a la tracción de las películas con nano-SiO₂

1.9 aislamiento de gránulos de almidón con método alcalino

1.9.1 aislamiento de gránulos de almidón con método alcalino mesocarpio de babasú

El aislamiento del almidón de la harina de mesocarpio de babasú mediante remojo en pH alcalino (AS) proporcionó un mayor rendimiento de extracción y un material más puro en comparación con el remojo en agua (WS). El tipo de método utilizado para el aislamiento de almidón del mesocarpio babasú proporcionó almidón con diferente composición química, cristalinidad, tamaño de partícula y propiedades funcionales. El menor contenido de amilosa y el mayor contenido de amilopectina en el almidón AS se tradujeron en una mayor cristalinidad y estabilidad térmica. Los gránulos de almidón aglomerados en el almidón AS provocaron una distribución polimodal del tamaño de partícula, que también afectó la estabilidad térmica y aumentó el poder de hinchazón del almidón. En conclusión, los métodos de aislamiento de almidón inducen cambios en la morfología de los gránulos de almidón y una composición química diferente, lo que da lugar a propiedades funcionales distintas. Los almidones aislados de la harina de mesocarpio de babasú eran amarillentos o rojizos como resultado de la presencia de compuestos fenólicos. Los almidones de babasú mostraron actividad antioxidante (Maniglia & Tapia-Blácido, 2016)

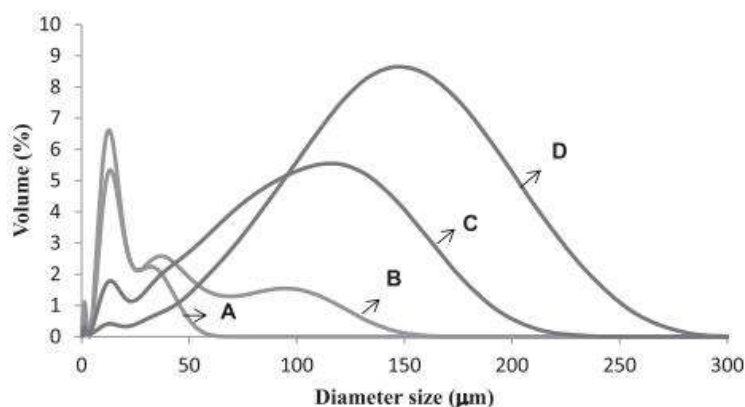


Fig. 4. Granule-size frequency distribution of starch isolated by (A) steeping in water and (B) steeping in alkaline pH, and of fiber residue resulting from starch extraction by (C) steeping in water and (D) steeping in alkaline pH.

figura 18 Distribución de frecuencia granular del almidón aislado

1.9.2 aislamiento de gránulos de almidón con método alcalino semillas de Ramón

Las semillas de Ramón sin testa produjeron un rendimiento de almidón de 300 g kg⁻¹. El almidón Ramón extraído mostró un alto grado de pureza del almidón (92,57%), un tamaño de gránulo que varió de 6,5 a 15 m y un gránulo de forma esférica ovalada. Se obtuvo un alto grado de ionización (pH 9,1) y la relación amilosa/amilopectina fue de 1:2,94, lo que indica un predominio de amilopectina que resulta en una baja tendencia retrógrada. Las propiedades térmicas que presenta el almidón de Ramón permiten suponer que posee cadenas más largas de moléculas de amilopectina y una mayor disposición de doble hélice que el almidón de maíz, lo que indica un mayor grado de estructura molecular y, por lo tanto, la necesidad de más energía para iniciar la fusión. (Pérez-Pacheco et al., 2014)

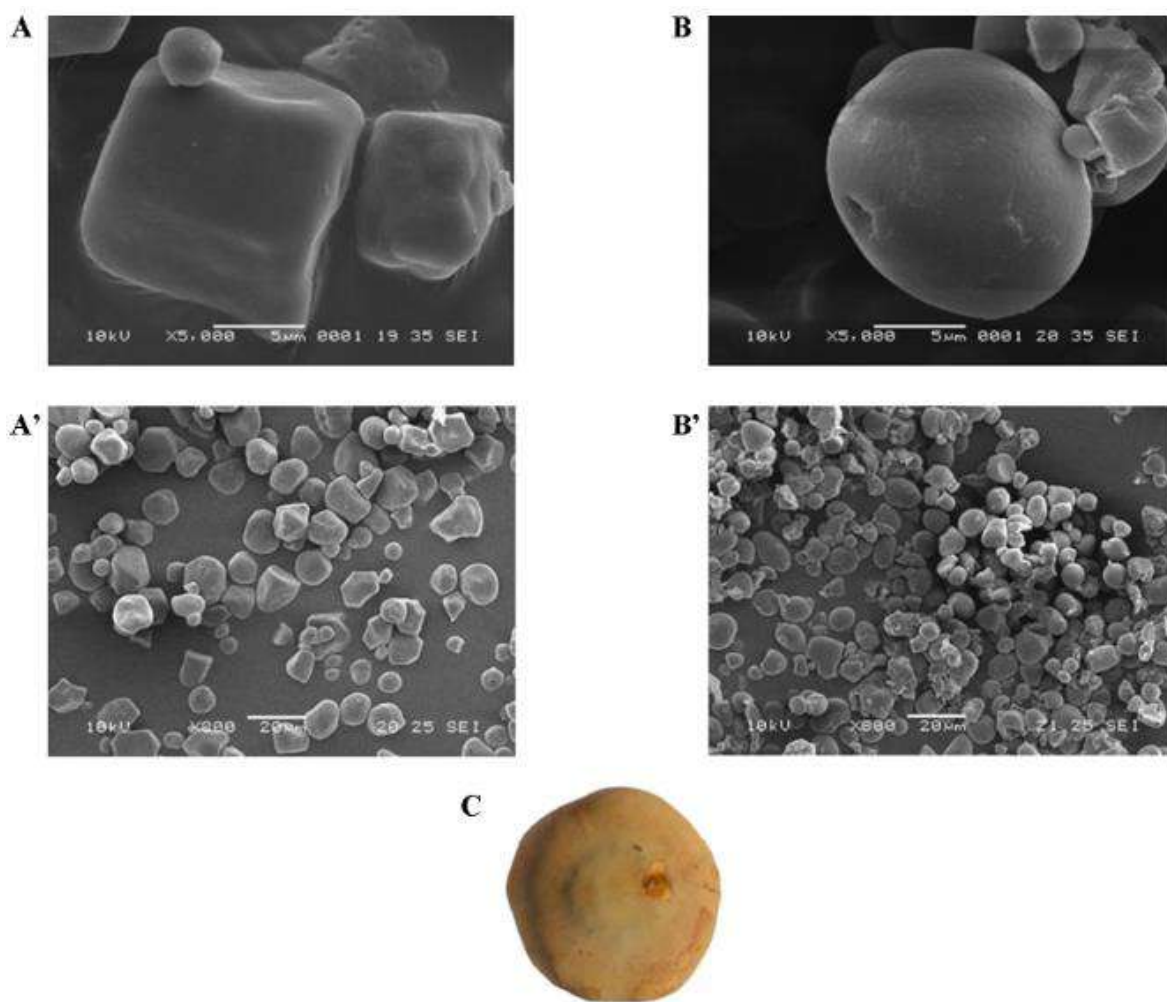


Fig. 1. Scanning electron microscopy (SEM) images. A and A' corn granules, B and B' Ramon granules, C Ramon seed.

1.9.3 aislamiento de gr nulos de almid n con m todo alcalino mijo perla

Los almidones de MRB ten an mayor amilosa, OHC y RDS, mientras que K exhibi  un mayor contenido de SDS. En comparaci n con el almid n de ma z (fuente comercial de almid n), el mijo perla exhibi  un mayor contenido de humedad, prote nas y grasa; sin embargo, estos valores estaban dentro del rango aceptable. Mayor SP y solubilidad a $>65^{\circ}\text{C}$ indica su utilidad como espesantes. Los atributos nutricionales del almid n, como el SDR alto y el RS bajo, indican su uso en formulaciones f cilmente digeribles para lactantes, geri tricos y convalecientes (Suma P & Urooj, 2015).

El bajo contenido de almid n resistente (RS) y alto contenido de almid n f cilmente digerible (SDR) observado en el almid n aislado podr a atribuirse al patr n de tipo A del almid n que es m s susceptible a la hidr lisis enzim tica y tambi n debido a la eliminaci n de la obstrucci n estructural a la hidr lisis de amilasa durante el proceso de aislamiento y gelatinizaci n del almid n (Suma P & Urooj, 2015).

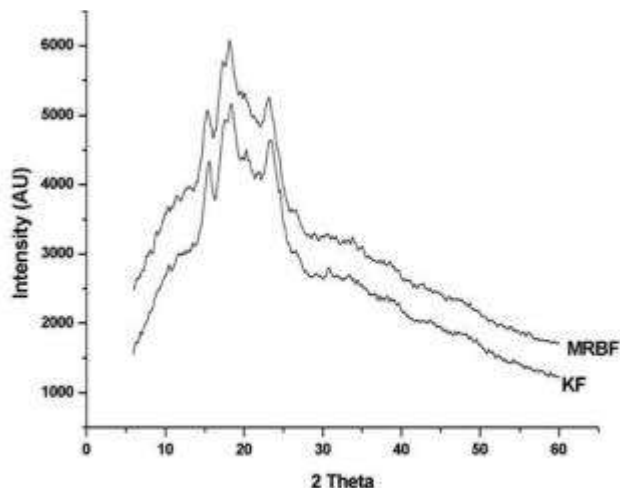


FIGURE 6 X-ray diffractograms of pearl millet flours.

Por lo tanto, en el presente estudio, los tres almidones exhibieron una estructura semi cristalina de tipo A. Los difracto gramas de las harinas K y MRB eran (Fig. 6) similares a sus almidones aislados(Suma P & Urooj, 2015).

1.10 aislamiento de gránulos de almidón con método ácido

1.10.1 Efecto de los aditivos alimentarios en la retrogradación del almidón

Algunos ácidos orgánicos como el ácido cítrico se utilizan como condimento y para ajustar los valores de pH. Cuando se agregó ácido cítrico a una mezcla de almidón y plastificantes, el almidón exhibió esterificación parcial, MW bajo y una interacción más fuerte con los plastificantes. Se podría esperar que estas nuevas propiedades eviten la retrogradación, promuevan la compatibilidad con los poliésteres, mejoren la capacidad de procesamiento y aumenten la degradación del almidón. Además, al agregar ácido cítrico, el pH del sistema disminuyó. H^+ en la solución rompería los enlaces glucosídicos entre las moléculas de almidón, lo que resultaría en moléculas de almidón más pequeñas durante la gelatinización, lo que podría esperarse que evitara la retrogradación(Fu et al., 2015).

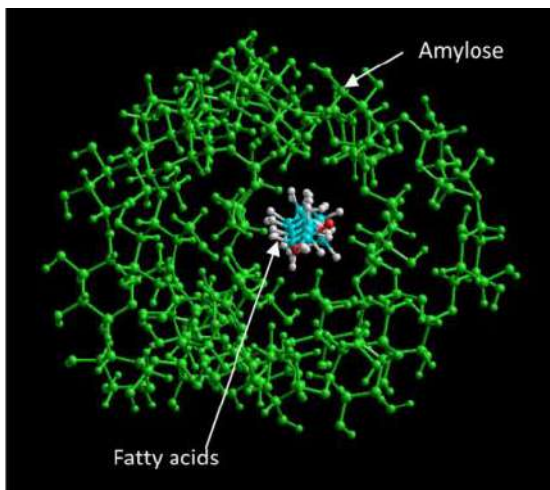


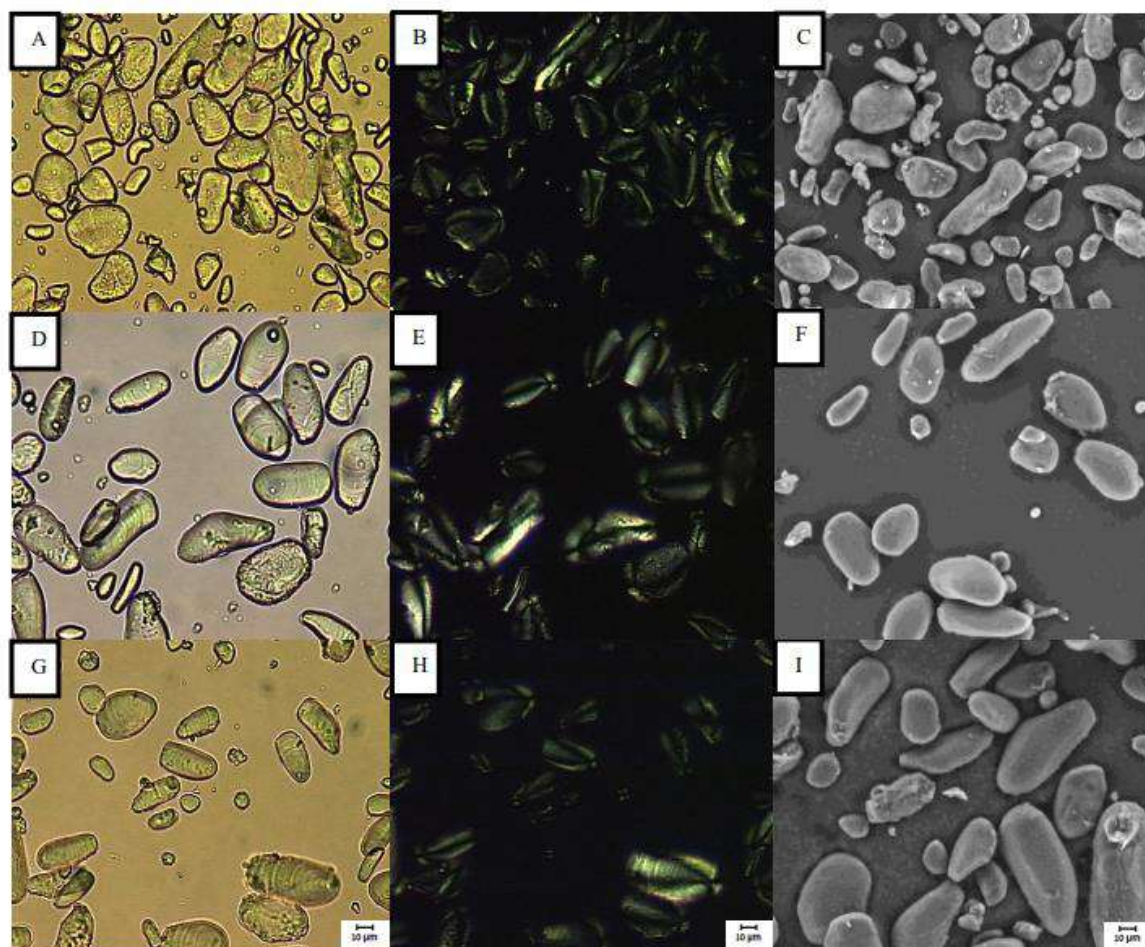
Figure 2. Molecular simulation diagram of the interaction between amylose and fatty acids.

1.10.2 Aislamiento y caracterización parcial del almidón de cultivares de banano cultivados en Colombia

La digestibilidad de los almidones nativos se analizó de acuerdo con dos condiciones, cruda y gelatinizada, a través de un método propuesto previamente con algunas modificaciones. Este método se basa en la hidrólisis del almidón por una mezcla de enzimas (pancreatina y amiloglucosidasa), simulando el proceso digestivo en el cuerpo humano y tomando alícuotas para su análisis después de 20 minutos de hidrólisis (SDR) y 120 minutos de hidrólisis (fracción de SDS de almidón de digestión lenta)(Chávez-Salazar et al., 2017).

En general, los gránulos de almidón de las tres variedades fueron alargados, mostrando birrefringencia (Figura 2), lo que indica que el proceso de aislamiento no desorganiza la disposición del componente de almidón en el gránulo(Chávez-Salazar et al., 2017).

Figure 2. Transmitted light, polarized light (magnitude 20X) and scanning electron (SEM-magnitude 500X) microscopy of native plantain starches: Gros Michel (A, B and C), Dominico Hartón (D, E and F) and FHIA 20 (G, H and I).



1.10.3 Mejora del almidón resistente de los almidones de arroz bajo una combinación de tratamientos ácidos y térmico-humedad

En este estudio se investigaron los efectos de una combinación de tratamiento ácido y térmico-humedad sobre la formación de almidón resistente (RS) y las características de los almidones de arroz con alto contenido de amilosa, normales y cerosos. Los grados de polimerización de los almidones de arroz tratados con ácido cítrico, ácido láctico o ácido acético se redujeron significativamente en comparación con los almidones nativos. Los contenidos de RS de los almidones de arroz tratados con ácido y humedad térmica estaban en un rango de 30.1-39.0%, significativamente más altos que los de los almidones de arroz nativos (6.3-10.2%). Entre los ácidos orgánicos utilizados, el ácido cítrico tuvo el mayor impacto en las características del almidón y la formación de RS, seguido del ácido láctico y el ácido acético. Los resultados son útiles en la producción de RS para aplicaciones alimentarias funcionales (Van Hung et al., 2016).

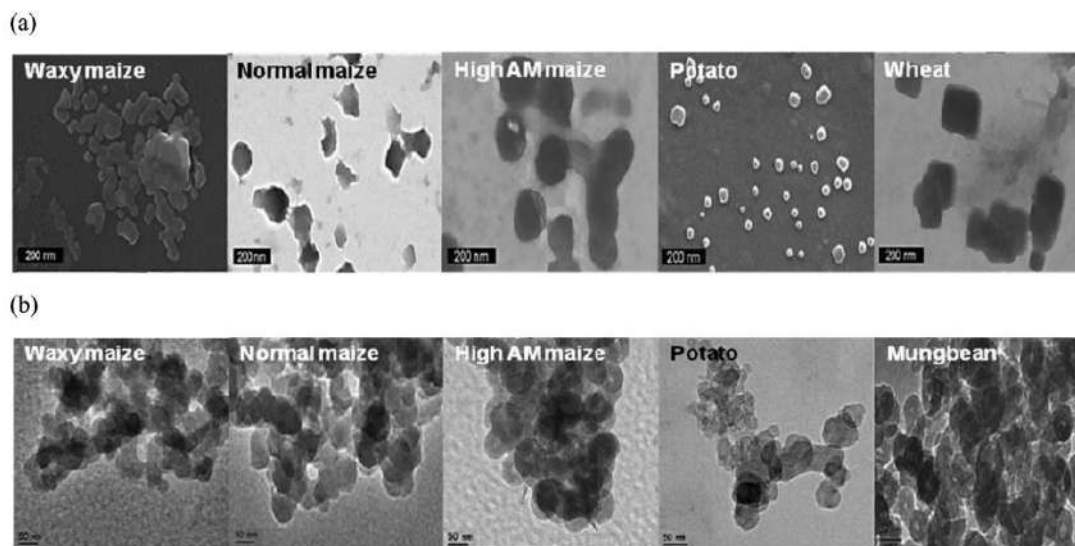
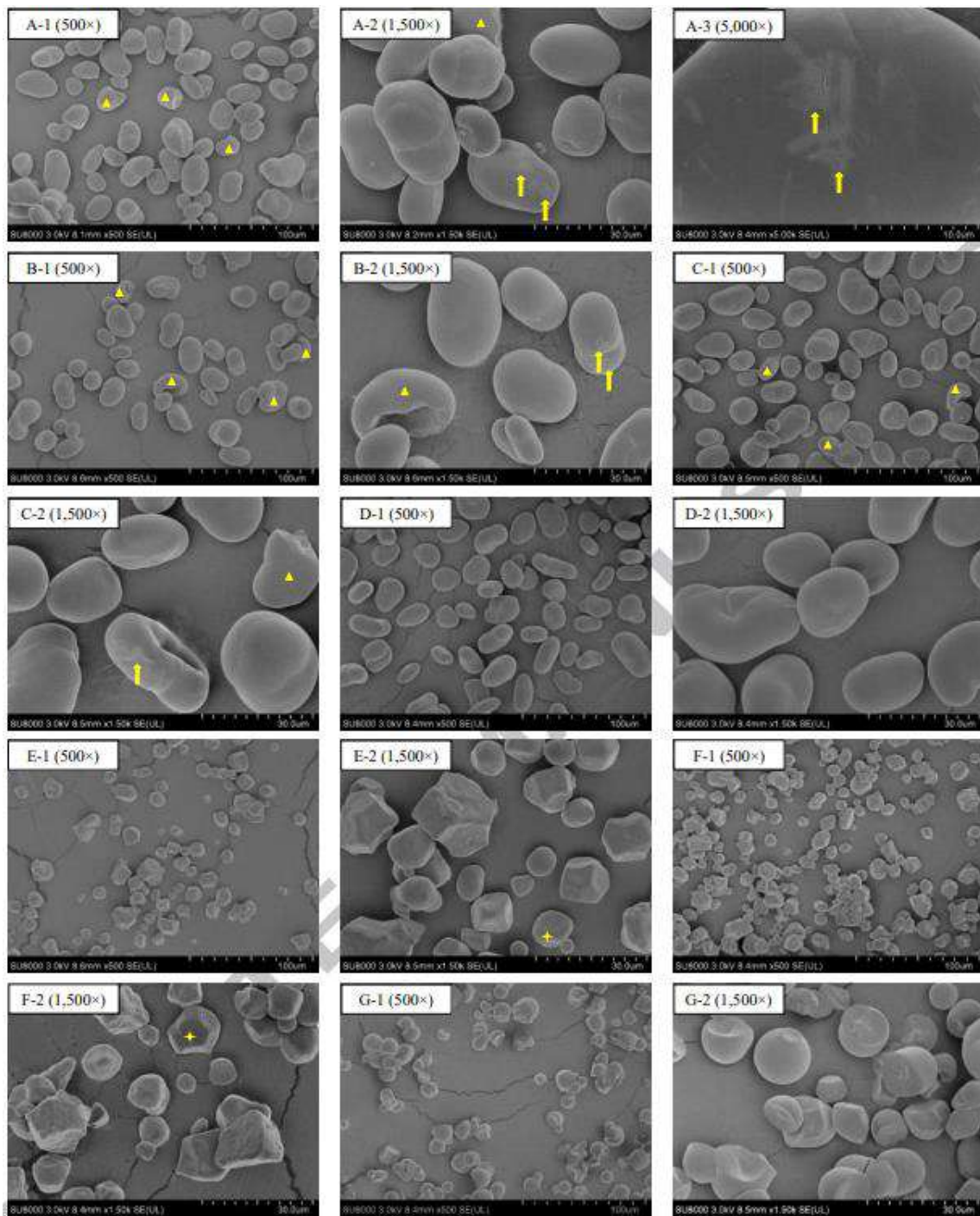


Fig. 3. Morphology of starch nanoparticles (SNPs) obtained by different botanic origins. (a) SEM micrographs after acid hydrolysis using diluted sulfuric acid (3.16 M, 5 days) [42]. (b) TEM micrographs after acid hydrolysis using diluted sulfuric acid (3.16 M, 5 days) [7].

1.10.4 Características de los almidones y féculas de guisantes, lentejas y habas aislados de harinas clasificadas al aire en comparación con los almidones y féculas comerciales

Se realizaron análisis próximos en los almidones de legumbres aislados, las harinas ricas en almidón y los almidones comerciales correspondientes (incluidos los guisantes Roquette, el maíz normal, el maíz ceroso y los almidones de tapioca) para determinar la pureza de los almidones aislados y calcular los rendimientos del aislamiento de almidón. La cantidad total de D-glucosa generada se aplicó para calcular el contenido de almidón de cada muestra. El rendimiento del aislamiento de almidón descrito en la sección 2.2 se calculó como: $\% \text{ rendimiento de almidón} = 100 \times \text{masa seca de almidón aislado} / (\text{masa seca inicial de harina rica en almidón} \times \text{contenido de almidón de harina rica en almidón sobre una base seca})$. El contenido de almidón dañado se determinó utilizando el kit de ensayo de daño de almidón siguiendo el método 76-31.01 de la AACC (Li et al., 2019).



PROBLEMÁTICA:

La contaminación por plásticos tiene impactos negativos en los diferentes ecosistemas donde ha llegado y perdura por una cantidad de tiempo por lejos muy superior al tiempo de utilidad que brindaron dichos productos. Estos plásticos son fragmentados por la acción mecánica del viento, las olas o por la acción química de la degradación de sus materiales frente a la exposición a los rayos ultravioletas, produciendo micro plásticos que afectan a más de 700 especies, desde el plancton hasta la ballena azul, el animal más grande del planeta en el cual se proponen diversas soluciones en las que trata de abordar están las arcillas con las propiedades de barrera ya que las propiedades barreras de un envase son fundamentales para la conservación de los alimentos. Las propiedades barreras que se requieren son: barrera a la humedad, barrera a los gases (fundamentalmente interesa al oxígeno y al dióxido de carbono; y barrera a los aromas, que son compuestos volátiles). Las propiedades barreras de un envase no son constantes, sino que pueden sufrir variaciones al cambiar ciertas condiciones externas como por ejemplo la temperatura y la humedad relativa ambiental.

JUSTIFICACIÓN

Con la intención de reducir la contaminación de los polímeros a base de petróleo, se propone usar biopolímeros a base de almidón de huaya.

Uno de estos biopolímeros naturales muy estudiado, es el almidón, ya que es muy abundante y su obtención es barata. Su uso puede desempeñar un papel decisivo en la sustitución de los plásticos sintéticos, permitiendo así disminuir el problema de acumulación de desechos plásticos y reduciendo la dependencia sobre el uso excesivo del petróleo.

A pesar de los numerosos méritos y propiedades únicas de la película, su aplicación práctica está limitada debido a su fragilidad, baja resistencia mecánica y baja actividad antibacteriana a lo que se implementara la adición de nano partículas de arcilla como refuerzo. Elaborando un biopolímero plástico a partir de almidón de huaya es una buena alternativa al almidón convencional ya que no se utilizaría el almidón del maíz, papa, trigo ya que estos están mayormente enfocados a la alimentación de la población mexicana y con el fin de no perjudicar este sector se toma de una fuente no convencional la cual es la semilla de huaya de la regio de Yucatán.

HIPOTESIS:

Los tipos de aislamiento de almidón podrían afectar las propiedades mecánicas del termoplástico.

Objetivo general:

Estudiar el efecto del pH sobre las propiedades fisicoquímicas, mecánicas y de barrera en los termoplásticos de almidón de huaya.

Objetivos específicos:

1. Extraer almidón de la semilla de *Melicoccus bijugatus* con diferentes condiciones de pH
2. Elaborar las películas de almidón de *Melicoccus bijugatus* con el método de casting.
3. Caracterizar la película obtenida de almidón de *Melicoccus bijugatus* las propiedades fisicoquímicas.
4. Caracterizar la película obtenida de almidón de *Melicoccus bijugatus* las propiedades mecánicas.

METAS

1. Extraer almidón de la semilla de *Melicoccus bijugatus*, alcalino, neutro y ácido para evaluar el rendimiento.
2. Elaborar películas a base de almidón.
3. Realizar la espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)
4. Realizar el análisis de microscopio electrónico de barrido (SEM) para identificar el tamaño de partícula superficial del almidón.
5. Realizar el análisis termogravimétrico (TGA) para medir la composición, la pureza, las reacciones de descomposición
6. Realizar el análisis de calorimetría diferencial de barrido (DSC) para medir las propiedades térmicas del material.
7. Realizar difracción de rayos x para determinar la geometría tridimensional de las estructuras cristalinas.
8. Realizar análisis de las propiedades mecánicas de las películas con la máquina de pruebas universales.

CAPITULO II

2. MATERIALES Y MÉTODOS

Materiales

Semilla de huaya obtenida de la zona de la ciudad de Calkiní. Acetato de Sodio, Trihidratado, Cristal, A.C.S. Cloruro de mercurio QUÍMICA SUASTES, S.A. DE C.V. Cloruro de sodio, en cristales, BAKER ANALYZED® ACS, J.T.Baker®.Sigma-Aldrich Toluene anhydrous,. Hidróxido de Sodio, Lentejas, A.C.S.,GLICERINA farmacia similares.

2.1 Extracción de almidón

2.1.1 Aislamiento usando bisulfito de sodio/Método 1(M1)

De acuerdo con este procedimiento se mezclaron 500g de MSF con 5 L de bisulfito de sodio (0.1%, p/v) y se dejó reposar durante 12 h; el pH se ajustó a 10 con NaOH 1 N y se dejó reposar la mezcla durante un otros 30 min a temperatura ambiente. La suspensión se filtró a través de coladores de tela plástica (malla 100) para separar el residuo (fibra) de la sustancia líquida (proteínas y almidón); el residuo fue sometido nuevamente al proceso de extracción con el fin de obtener la máxima cantidad de almidón. La suspensión con proteína y almidón se volvió a tamizar a través de un tamiz de malla 200 y la fracción líquida se dejó precipitado durante 30 minutos, después de lo cual se eliminó el sobrenadante con un sifón. El líquido restante se lavó tres veces con Re-suspensión en agua destilada y el almidón recuperado después del lavado final por centrifugación a 2500 rpm durante 10 min en una centrífuga Eppendorf (modelo 5702-R). Después del aislamiento, el almidón se secó en un horno de convección a 60 C por 24 h, molido en molinillo IKA MF-10 con un tamaño de tamiz de 0.5 mm y tamizado a través de un tamiz de malla 100. Finalmente, el almidón se almacenó en recipientes de vidrio herméticamente cerrados hasta su posterior análisis.

2.1.2Aislamiento con agua destilada/Método 2 (M2)

El MSF se remojó en agua destilada (500 ml) durante 24 h y luego el MSF húmedo se mezcló a alta velocidad durante 2 min. La suspensión se lavó a través de un Tamiz no.100 (150 mm) y no.200 (75 mm). El producto filtrado se centrifugó a 2500 rpm durante 20 min y el sobrenadante resultante se decantó. Los gránulos de almidón se lavaron tres veces con agua destilada y luego se secaron en un horno de convección a 60 C durante 24 h, se molieron en un molinillo IKA MF-10 con tamiz de 0.5 mm y se tamizaron a través de una

mallá 100. Finalmente, el almidón se almacenó en recipientes de vidrio herméticamente cerrados hasta su posterior análisis(Zhang et al., 2021).

2.1.3Remojo ácido/Método 3 (M3)

El almidón se aisló de MSF según el procedimiento de(Kringel et al., 2020), con una ligera adaptación. El MSF se remojó durante 24 h en 0.02 mol/L de acetato de sodio (pH 3.5), al que se le añadió cloruro de mercurio a niveles de 0.01 mol/L. Luego, la suspensión se lavó con agua destilada y se molió en húmedo a alta velocidad durante 5 min en una licuadora, después de lo cual se filtró.

2.2 Elaboración de películas de almidón

Peso 4 gr de almidón y 1.6 gr de glicerina una vez pesado el almidón y la glicerina con ayuda del vaso precipitado de 250 ml, se vertió a cada vaso 100 ml de agua destilada y con ayuda del agitador de acero se mezcla hasta disolver correctamente. Seguidamente se vaciará la solución líquida en el matraz aforado de 100 ml llegando a su nivel indicado, se procesa agitar y se vierte nuevamente en el vaso precipitado de 250 ml. Una vez que se vació en el vaso precipitado de 250 ml se procedió a mezclar hasta homogenizar con ayuda de agitador magnético. Se procede a meter en el equipo termo baño, teniendo en cuenta que la temperatura este registrada a los 90 °c. Una vez que la temperatura alcanzo los 90 °c se procedió a retirar cada uno de los vasos precipitados de 250 ml con la solución y se agito en el equipo agitador magnético por cada 5 min por tres veces, para que después se vuelva a introducir al equipo termo baño. Cuando ya estén las tres lotes agitados se procede a introducir los tres vasos precipitados d 250 ml en el equipo ultrasónico por 10 min. Cuando el equipo ultrasónico se detenga es decir se termine los 10 min programados, se procede a limpiar, lavar y secar las charolas de aluminio para que seguidamente se le aplique el polisil esto ayudara a que no se peguen las películas. Por último, se procede a introducir al horno de convección mecánica a 40 °c por 19 hrs. Y una vez seca las películas se desmolda con cuidado para después almacenarlas.

2.3 Análisis de espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)

Los espectros infrarrojos de transformación de Fourier (FTIR) de almidones aislados de *Melicoccus* se obtuvieron mediante escaneo en un espectrofotómetro FTIR (Nexus 670-FTIR) a temperatura ambiente. Los gránulos de almidón se mezclaron con bromuro de potasio (200 mg) para obtener una mezcla fina de polvo y luego se presionaron en gránulos transparentes delgados antes del análisis. La muestra fue escaneada en la región entre 4000 y 500 cm⁻¹.

2.4 Morfología del gránulo y tamaño de partícula (SEM)

El tamaño y la forma de los almidones se examinaron mediante microscopía electrónica de barrido (SEM). Las muestras de almidón se montaron en un portaobjetos metálico y se realizó el examen. con microscopía electrónica de barrido Micro analizador de sonda electrónica JEOL JSM 6360 LV a 15 kV en vacío bajo. Posteriormente, el almidón se suspendió en un volumen de agua destilada y colocada en una difracción láser Beckman Coulter LS100Q Analizador láser de tamaño de partículas por difracción con una precisión del $\pm 1\%$

2.5 El análisis termogravimétrico (TGA)

El análisis termogravimétrico (TGA) se realizó utilizando un aparato Q-600 (DTA-TG) de TA Instruments utilizando bandejas de aluminio abiertas bajo atmósfera de nitrógeno. Las mediciones se realizaron en un flujo de nitrógeno seco de $100,0 \pm 0,5 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$ aumentando la temperatura desde la temperatura ambiente hasta 500 C a 10 C min^{-1} .

2.6 Propiedades mecánicas de las películas

A las películas obtenidas se les determinaron propiedades mecánicas como la resistencia a la tensión y porcentaje de elongación en una maquina universal de ensayos Shimadzu EZ-L, según la norma ASTM D882-10.

2.7 El análisis de difracción de rayos x (DRX)

Análisis DRX, las muestras fueron analizadas en un difractómetro PANalytical X'Pert PRO MPD por utilizando Cu K α = 1,54 Å, la tensión y la corriente de funcionamiento

fueron de 45 kV y 40 mA respectivamente. Los difractogramas se obtuvieron en el intervalo de ángulo de Bragg (2θ) de 4 y 70°.

Capítulo III: Resultados y Discusiones

3.RESULTADOS Y DISCUSIONES

3.1Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier

3.1.1 Aislamiento usando bisulfito de sodio/Método 1(M1), agua destilada/Método 2 (M2), con ácido/Método 3 (M3)

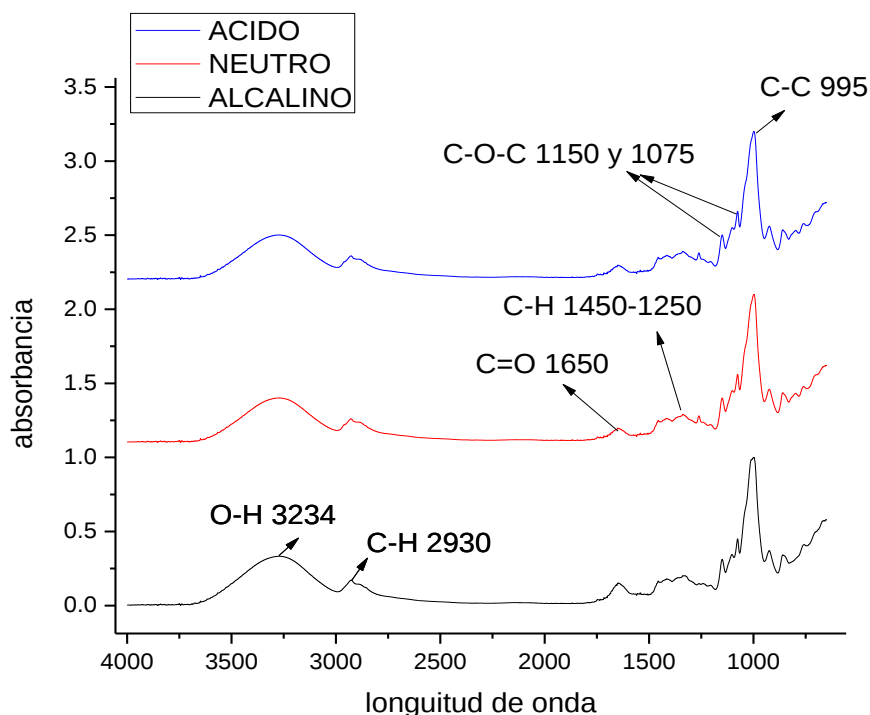


figura 19 FTIR Aislamiento

Los picos de absorción a 3234 cm y 2930 cm⁻¹ visibles deben atribuirse a los complejos tramos de vibración asociados con grupos hidroxilo libres, intermoleculares e intramoleculares y tramos —CH asociados con los átomos de hidrógeno metino en anillo, respectivamente tienen una similitud con los almidones de papa reportados por (Qiang et al., 2019) donde el espectro los picos de 3234, 2930 y 1075 cm⁻¹ se pueden asignar a las vibraciones de estiramiento de O-H, C-H y C-O, respectivamente, similares a los descritos por (Ragoubi et al., 2022) donde el pico a 3234 cm⁻¹ corresponde al grupo O-H.

Los picos en el rango de 1650 – 1630 se relaciona con la vibración de estiramiento del enlace C=O en grupos carbonilo, que puede estar presente en los almidones modificados(CAMAS & GONZALEZ, 2015).en los rangos 1150 y 1075 se puede atribuir a las vibraciones de estiramiento de C-O-C en los que presentan los enlaces glucosídicos del almidón.

3.2 Morfología de los gránulos de almidón

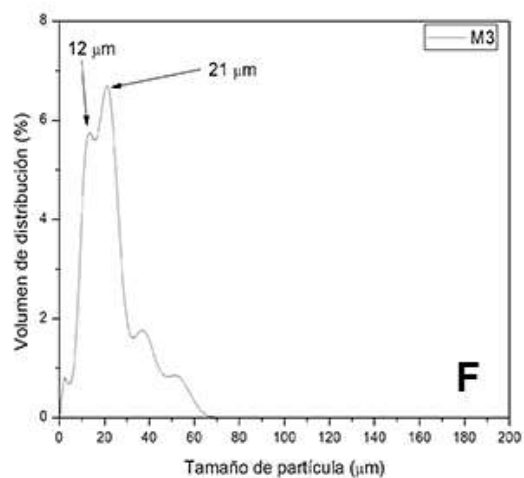
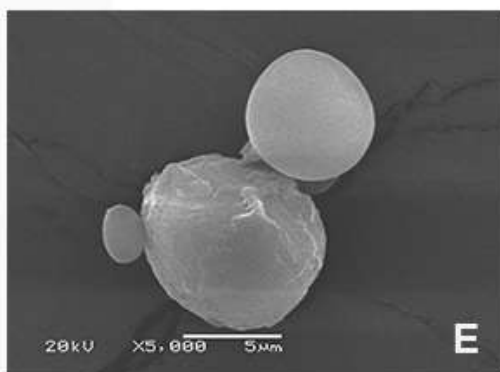
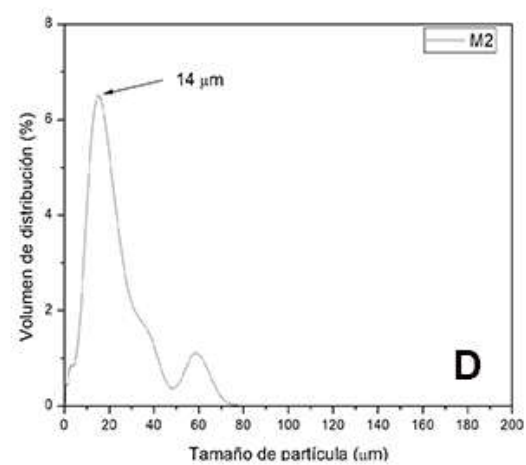
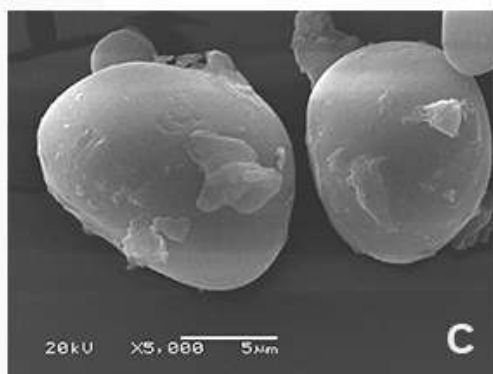
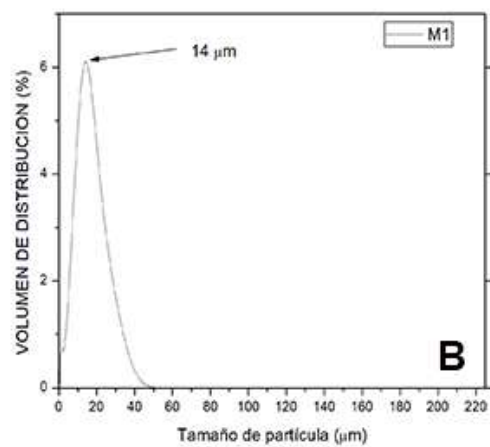
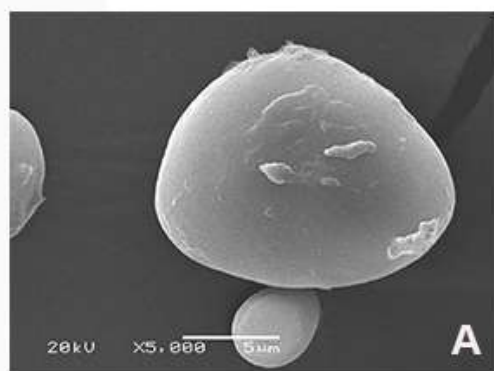
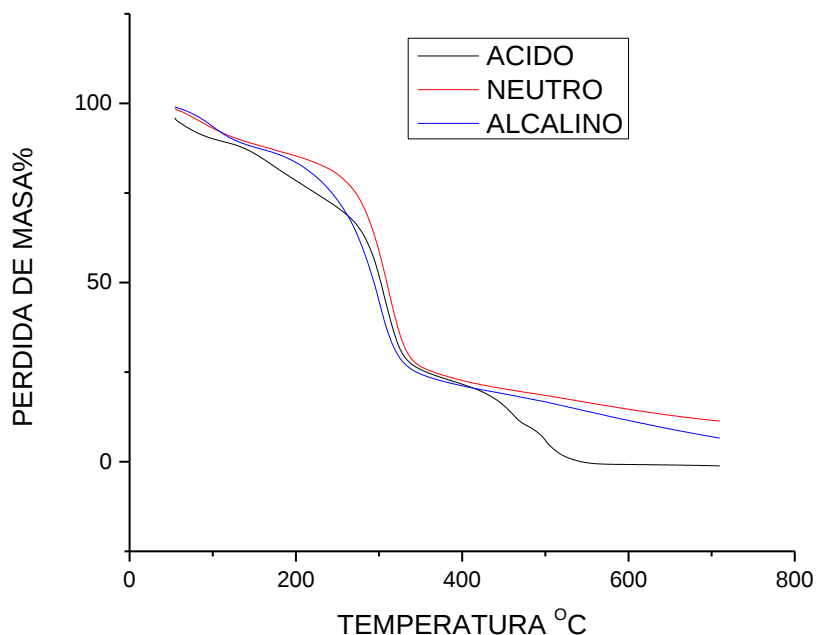


figura 20 Morfología de los gránulos de almidón

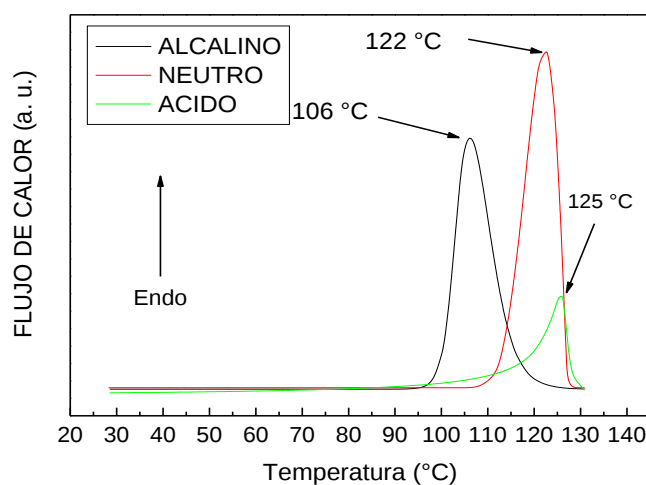
Las imágenes SEM y la distribución del tamaño del gránulo de almidón obtenido con los tres métodos de aislamiento se muestran en las figuras 20 A y 20 E. Las características morfológicas del gránulo no se vieron afectadas por el método de aislamiento utilizado, en la Figura 20 C los gránulos de *Melicoccus* presentan una forma semi oval algunos de los cuales exhibieron algunas aglomeraciones presentes en el método de extracción que son más evidentes en la Figura 20 C (extracción de agua) estas aglomeraciones son atribuidas a su naturaleza del almidón con el agua. El tamaño de partícula de la Figura 20 B y 20 E son similares, la Figura 20 F muestra un tamaño de partícula diferente esta variación puede ser debido al método de aislamiento más agresivo a comparación de sus predecesores comparadas con las obtenidas de (Ragoubi et al., 2022) tienden un rango similar, las virutas de lino muestran una estructura celular con un diámetro que oscila entre 10 y 28 μm . Las características morfológicas de los gránulos de almidón como estructura, tamaño, y la forma dependen principalmente no solo de la fuente botánica sino también de las prácticas culturales (Yashini et al., 2022). El almidón de maíz presentó gránulos de forma angular, revelando una morfología poliédrica predominante. Como reporta (Castillo et al., 2019) través de un examen detallado de la apariencia de los gránulos, se detectaron superficies lisas sin agujeros ni surcos. El almidón de maíz presentó una distribución de tamaño unimodal con un valor medio de 10 a 12 μm . El almidón de huaya muestra tener un tamaño mayor por aproximadamente 2 μm .

3.3 ANALISIS DE TERMOGRAVIMETRICO (TGA)



Los resultados de TGA evidencian tres eventos principales de pérdida de masa. El primero ocurre de 50-109 °C y está asociado con el inicio de la pérdida de agua. El segundo se presenta a 263–320 °C, relacionado con descomposición de la amilosa, amilopectina y de glicerina. El tercer evento se presenta a 320 – 729 °C, relacionado con el proceso de carbonización final similares reportados por (Nevoralová et al., 2019) y (Altayan et al., 2021).

3.4 calorimetría diferencial de barrido (DSC)



3.5 Difractómetro de rayos x (DRX)

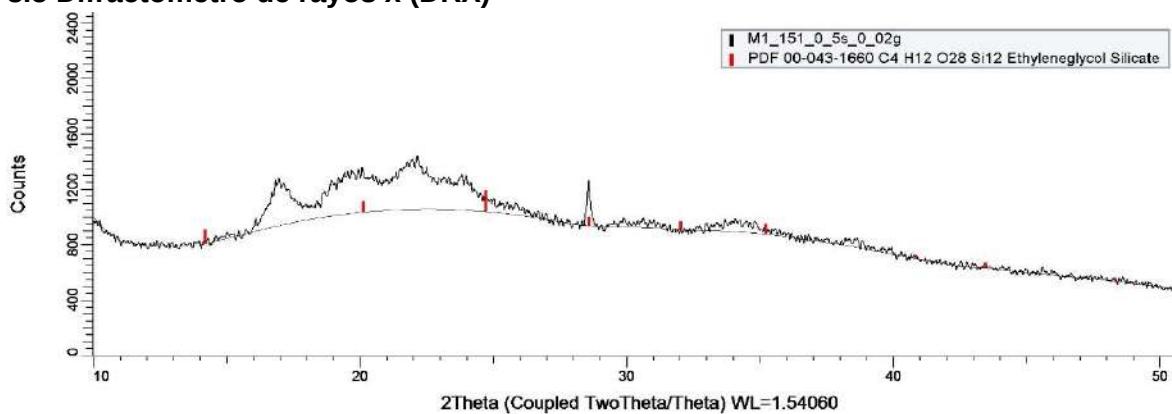


figura 21 Difractómetro de rayos x (DRX) M1

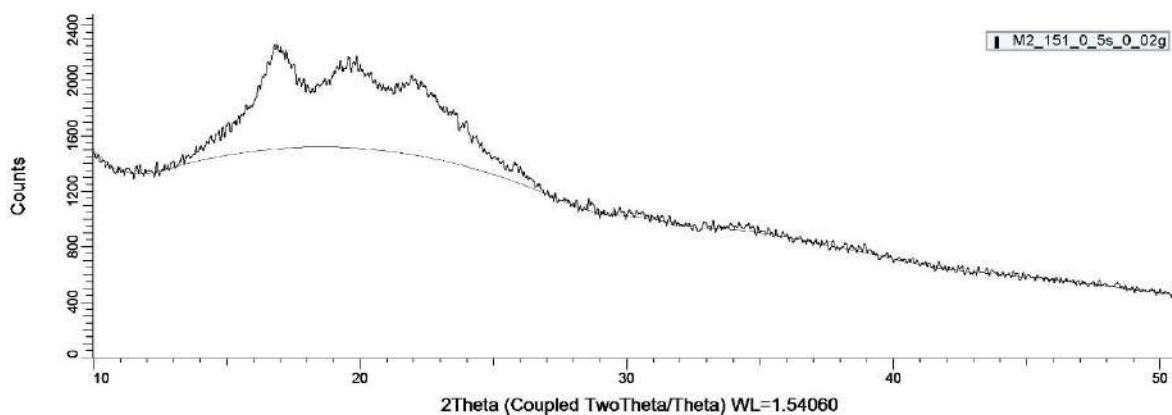


figura 22 Difractómetro de rayos x (DRX) M2

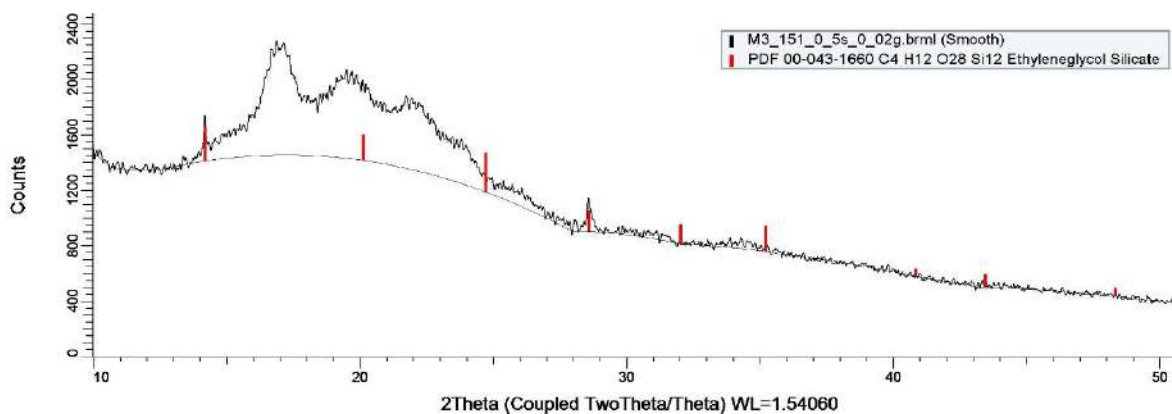


figura 23 Difractómetro de rayos x (DRX) M3

En las Figura 23-25 se muestran los patrones de difracción de los almidones. El patrón de difracción de huaya presentó una estructura cristalina tipo β con picos en 15,17, 23 en el ángulo 2θ , lo que indica un patrón típico de almidón similar a los reportados por (Ragoubi et al., 2022) donde se observaron los picos principales del almidón 15,2°, 17.2°, 18.1°, 20.1°, y 23.1.

En el caso del M1 y M2 el incremento de cristalinidad se pudo dar, posiblemente por reacciones de despolimerización, como efecto secundario de la reacción, obteniendo cadenas de amilosa que sufren un cierto grado de ordenamiento.

3.6 PROPIEDADES MECÁNICAS DE LAS PELÍCULAS

Las propiedades mecánicas se analizaron estadísticamente por el método tukey. Los resultados de la resistencia a la tensión de los TPS mostraron diferencias significativas con los métodos de extracción M1 y M3 cuyos resultados son 4.9 MPa y 5.9 MPa, respectivamente. Asimismo, en los resultados de deformación máxima no se observó diferencia significativa. El módulo de elasticidad presentó diferencias significativas con los tres métodos evaluados 15.3 MPa (M1), 18.9 MPa (M2), 22.9 MPa (M3).

Contraste	Sig.	Diferencia	+/- Límites
ACIDO - ALCALINO	*	1.00763	0.829832
ACIDO - NEUTRO		0.539606	0.829832
ALCALINO - NEUTRO		-0.468025	0.829832

Capítulo IV: CONCLUSIONES

En la presente investigación se realizó un estudio sobre el efecto de los diferentes métodos de aislamiento en las propiedades del almidón termoplástico (TPS) obtenido del *Melicoccus bijugatus jacq.* Se encontró que el método de aislamiento tiene un impacto significativo en la estructura molecular del almidón, afectando tanto su morfología como su composición química. Los métodos de aislamiento modifican la integridad estructural de los gránulos de almidón, lo que se refleja en cambios en la microestructura observados a través de SEM y variaciones en los espectros de FTIR.

Los análisis TGA y DSC demostraron que los diferentes métodos de aislamiento afectan la estabilidad térmica y las transiciones térmicas del TPS. El método M3 resultó en un TPS con mayor estabilidad térmica. Además, las pruebas mecánicas revelaron que el método

de aislamiento influye en la resistencia a la tensión y en el módulo de elasticidad del TPS, con variaciones significativas en la flexibilidad y rigidez del material.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Alarcón Cavero, H. A., & Arroyo Benites, E. J. R. d. I. S. Q. d. P. (2016). Evaluación de las propiedades químicas y mecánicas de biopolímeros a partir del almidón modificado de la papa. *82*(3), 315-323.
- Aldas Carrasco, M. F. (2021). *Uso de derivados de colofonia como aditivos sostenibles en biopolímeros de almidón termoplástico (TPS)* Universitat Politècnica de València].
- Altayan, M. M., Al Darouich, T., & Karabet, F. J. P. B. (2021). Thermoplastic starch from corn and wheat: a comparative study based on amylose content. *78*, 3131-3147.
- Avila Mendiola, A. G., & Montesinos Schaeffer, M. (2021). Estudio de prefactibilidad para la instalación de una planta productora de bolsas biodegradables a base de almidón de yuca (*Manihot esculenta*).
- Bertuzzi, M. A., Gottifredi, J. C., & Armada, M. J. B. J. o. F. T. (2012). Mechanical properties of a high amylose content corn starch based film, gelatinized at low temperature. *15*, 219-227.
- CAMAS, K. L., & GONZALEZ, A. V. (2015). Efecto de la incorporación de aceite de ricino epoxidado sobre las propiedades químicas, físicas y mecánicas de mezclas PLA/almidón.

- Castillo, L. A., López, O. V., García, M. A., Barbosa, S. E., & Villar, M. A. J. H. (2019). Crystalline morphology of thermoplastic starch/talc nanocomposites induced by thermal processing. *5*(6), e01877.
- Chávez-Salazar, A., Bello-Pérez, L., Agama-Acevedo, E., Castellanos-Galeano, F., Álvarez-Barreto, C., & Pacheco-Vargas, G. J. I. J. o. B. M. (2017). Isolation and partial characterization of starch from banana cultivars grown in Colombia. *98*, 240-246.
- Farrag, Y., Malmir, S., Montero, B., Rico, M., Rodríguez-Llamazares, S., Barral, L., & Bouza, R. J. L. (2018). Starch edible films loaded with donut-shaped starch microparticles. *98*, 62-68.
- Fu, Z., Chen, J., Luo, S. J., Liu, C. M., & Liu, W. J. S. S. (2015). Effect of food additives on starch retrogradation: A review. *67*(1-2), 69-78.
- Guo, Z., Gou, Q., Yang, L., Yu, Q.-I., & Han, L. J. F. C. (2022). Dielectric barrier discharge plasma: A green method to change structure of potato starch and improve physicochemical properties of potato starch films. *370*, 130992.
- Hu, G., Chen, J., & Gao, J. J. C. P. (2009). Preparation and characteristics of oxidized potato starch films. *76*(2), 291-298.
- Jagadeesan, S., Govindaraju, I., & Mazumder, N. J. A. J. o. P. R. (2020). An insight into the ultrastructural and physiochemical characterization of potato starch: a review. *97*(5), 464-476.
- Khan, B., Bilal Khan Niazi, M., Samin, G., & Jahan, Z. J. J. o. F. P. E. (2017). Thermoplastic starch: A possible biodegradable food packaging material—A review. *40*(3), e12447.
- Kringel, D. H., Dias, A. R. G., Zavareze, E. d. R., & Gandra, E. A. J. S. S. (2020). Fruit wastes as promising sources of starch: Extraction, properties, and applications. *72*(3-4), 1900200.
- Kumar, R., Ghoshal, G., Goyal, M. J. J. o. F. S., & Technology. (2021). Biodegradable composite films/coatings of modified corn starch/gelatin for shelf life improvement of cucumber. *58*(4), 1227-1237.
- Lerma-Canto, A., Gomez-Caturla, J., Herrero-Herrero, M., Garcia-Garcia, D., & Fombuena, V. J. P. (2021). Development of polylactic acid thermoplastic starch formulations using maleinized hemp oil as biobased plasticizer. *13*(9), 1392.
- Li, L., Yuan, T. Z., Setia, R., Raja, R. B., Zhang, B., & Ai, Y. J. F. C. (2019). Characteristics of pea, lentil and faba bean starches isolated from air-classified flours in comparison with commercial starches. *276*, 599-607.

- Liang, R., Liang, Q., Li, Z., Zhou, Q., Li, L., & Sun, W. J. J. o. L. P. i. t. P. I. (2021). Assessment of the thermal hazards and oxidization mechanism of coloured corn starch dust by TG–FTIR. *69*, 104380.
- López, D. F., Osorio, O., & Checa, O. E. J. I. t. (2019). Propiedades Mecánicas de un Material de Pectina para Revestimiento de Fibras Naturales Utilizadas en Aplicaciones Agrícolas. *30*(3), 189-198.
- Lozano-Vazquez, G., Alvarez-Ramirez, J., Lobato-Calleros, C., Vernon-Carter, E. J., & Hernández-Marín, N. Y. J. S. S. (2021). Characterization of Corn Starch-Calcium Alginate Xerogels by Microscopy, Thermal, XRD, and FTIR Analyses. *73*(7-8), 2000282.
- Luckachan, G. E., Pillai, C. J. J. o. P., & Environment, t. (2011). Biodegradable polymers-a review on recent trends and emerging perspectives. *19*(3), 637-676.
- lv, Y., Zhang, L., Li, M., He, X., Hao, L., & Dai, Y. J. I. j. o. b. m. (2019). Physicochemical properties and digestibility of potato starch treated by ball milling with tea polyphenols. *129*, 207-213.
- Maniglia, B. C., & Tapia-Blácido, D. R. J. F. H. (2016). Isolation and characterization of starch from babassu mesocarp. *55*, 47-55.
- Montilla-Buitrago, C. E., Gómez-López, R. A., Solanilla-Duque, J. F., Serna-Cock, L., & Villada-Castillo, H. S. J. S. S. (2021). Effect of Plasticizers on Properties, Retrogradation, and Processing of Extrusion-Obtained Thermoplastic Starch: A Review. *73*(9-10), 2100060.
- Nevoralová, M., Koutný, M., Ujčič, A., Horák, P., Kredatusová, J., Šerá, J., . . . Stability. (2019). Controlled biodegradability of functionalized thermoplastic starch based materials. *170*, 108995.
- Pérez-Pacheco, E., Moo-Huchin, V., Estrada-León, R., Ortiz-Fernández, A., May-Hernández, L., Ríos-Soberanis, C., & Betancur-Ancona, D. J. C. p. (2014). Isolation and characterization of starch obtained from Brosimum alicastrum Swarts Seeds. *101*, 920-927.
- Qiang, R., Yang, S., Hou, K., & Wang, J. J. N. J. o. C. (2019). Synthesis of carbon quantum dots with green luminescence from potato starch. *43*(27), 10826-10833.
- Ragoubi, M., Terrié, C., & Leblanc, N. J. J. o. C. S. (2022). Physico-Chemical, Rheological, and Viscoelastic Properties of Starch Bio-Based Materials. *6*(12), 375.
- Reyes, G. V. C., Marinero-Orantes, E. A., Funes-Guadrón, C. R., & Toruño, P. J. J. R. I. d. B. y. C. C. (2020). Biopolímeros para uso agroindustrial: Alternativa sostenible para

- la elaboración de una película de almidón termoplástico biodegradable. 6(11), 1359-1382.
- Santos, T. A., & Spinace, M. A. J. I. J. o. B. M. (2021). Sandwich panel biocomposite of thermoplastic corn starch and bacterial cellulose. 167, 358-368.
- Stasi, E., Giuri, A., Ferrari, F., Armenise, V., Colella, S., Listorti, A., . . . Esposito Corcione, C. J. P. (2020). Biodegradable carbon-based ashes/maize starch composite films for agricultural applications. 12(3), 524.
- Suma P, F., & Urooj, A. J. I. J. o. F. P. (2015). Isolation and characterization of starch from pearl millet (*Pennisetum typhoidium*) flours. 18(12), 2675-2687.
- Van Hung, P., Vien, N. L., & Phi, N. T. L. J. F. C. (2016). Resistant starch improvement of rice starches under a combination of acid and heat-moisture treatments. 191, 67-73.
- Wu, C., Zhu, Y., Wu, T., Wang, L., Yuan, Y., Chen, J., . . . Pang, J. J. F. C. (2019). Enhanced functional properties of biopolymer film incorporated with curcumin-loaded mesoporous silica nanoparticles for food packaging. 288, 139-145.
- Yashini, M., Khushbu, S., Madhurima, N., Sunil, C., Mahendran, R., Venkatachalapathy, N. J. C. R. i. F. S., & Nutrition. (2022). Thermal properties of different types of starch: A review. 1-24.
- Zhang, R., Wang, X., & Cheng, M. J. P. (2018). Preparation and characterization of potato starch film with various size of nano-SiO₂. 10(10), 1172.
- Zhang, Y., Zhao, X., Bao, X., Xiao, J., & Liu, H. J. F. H. (2021). Effects of pectin and heat-moisture treatment on structural characteristics and physicochemical properties of corn starch. 117, 106664.
- Zou, Y., Yuan, C., Cui, B., Liu, P., Wu, Z., & Zhao, H. J. C. p. (2021). Formation of high amylose corn starch/konjac glucomannan composite film with improved mechanical and barrier properties. 251, 117039.